

Metode uji standar untuk penentuan *yield stress* dan viskositas *apparent* minyak lumas mesin pada temperatur rendah

Standard Test Method for Determination of Yield Stress and Apparent Viscosity of Engine Oils at Low Temperature

(ASTM D4684–08, IDT)



© ASTM – All rights reserved

© BSN 2016 untuk kepentingan adopsi standar © ASTM menjadi SNI – Semua hak dilindungi

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun serta dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis BSN

BSN

Email: dokinfo@bsn.go.id

www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta

*"This Standard is identical to **ASTM D 4684–08, Standard Test Method for Determination of Yield Stress and Apparent Viscosity of Engine Oils at Low Temperature**, Copyright ASTM International, 100 Barr Harbour Drive, West Conshohocken PA 19428 USA.
Reprinted by permission of ASTM International."*

*ASTM International has authorized the distribution of this translation of **SNI 8257:2016**, but recognizes that the translation has gone through a limited review process. ASTM neither represents nor warrants that the translation is technically or linguistically accurate. Only the English edition as published and copyrighted by ASTM shall be considered the official version. Reproduction of this translation, without ASTM's written permission is strictly forbidden under U.S. and international copyright laws.*

Daftar isi

Daftar isi.....	i
Prakata.....	ii
1 Ruang lingkup.....	1
2 Acuan normatif.....	2
3 Istilah dan definisi.....	3
4 Ringkasan metode uji.....	6
5 Arti dan kegunaan.....	6
6 Peralatan.....	7
7 Pereaksi dan bahan.....	9
Prosedur A.....	10
8 Pengambilan sampel.....	10
9 Kalibrasi dan standarisasi.....	10
10 Prosedur pengukuran <i>yield stress</i> dan viskositas.....	14
11 Penghitungan <i>yield stress</i> dan viskositas <i>apparent</i>	19
12 Pelaporan.....	20
13 Presisi and bias.....	21
Prosedur B.....	22
14 Kalibrasi dan standarisasi.....	22
15 Prosedur.....	24
16 Menghitung <i>yield stress</i> dan viskositas <i>apparent</i>	30
17 Pelaporan.....	30
18 Presisi and bias.....	31
19 Kata kunci.....	34
Lampiran (informatif) X1. Profil temperatur untuk temperatur uji.....	35
Lampiran (informatif) X2. Informasi pendukung operasi.....	37
Bibliografi.....	40
Ringkasan perubahan.....	41

Prakata

Standar Nasional Indonesia (SNI) 8257:2016, *Metode uji standar untuk penentuan yield stress dan viskositas apparent minyak lumas mesin pada temperatur rendah* merupakan SNI baru. SNI ini merupakan adopsi identik dari ASTM D4684 – 08, *Standard Test Method for Determination of Yield Stress and Apparent Viscosity of Engine Oils at Low Temperature*, dengan metode terjemahan.

Tujuan penyusunan SNI metode uji ini adalah untuk memudahkan pengguna dalam memahami metode uji sehingga dapat menerapkannya dengan baik dan benar.

Untuk tujuan ini telah dilakukan perubahan editorial yaitu tanda titik telah diganti dengan tanda koma dan sebaliknya untuk penulisan bilangan.

SNI ini disusun sesuai dengan ketentuan yang diberikan dalam:

- a) Pedoman Standardisasi Nasional PSN 03.1:2007, Adopsi Standar Internasional dan Publikasi Internasional lainnya, Bagian 1: Adopsi Standar Internasional menjadi SNI (ISO/IEC Guide 21-1:2005, *Regional or national adoption of International Standards and other International Deliverables – Part 1: Adoption of International Standards, MOD*),
- b) Pedoman Standardisasi Nasional (PSN) 08:2007, Penulisan SNI,
- c) Pedoman Standardisasi Nasional (PSN) 10:2012, Adopsi Standar American Society for Testing and Material menjadi Standar Nasional Indonesia.

Standar ini disusun oleh Komite Teknis 75-02 Produk Minyak Bumi, Gas Bumi dan Pelumas dan telah dibahas dalam rapat konsensus lingkup Komite Teknis di Jakarta pada tanggal 22-23 November 2012 yang dihadiri oleh wakil dari produsen, konsumen, tenaga ahli, asosiasi dan peneliti serta instansi teknis terkait lainnya.

Apabila pengguna menemukan keraguan dalam standar ini maka disarankan untuk melihat standar aslinya yaitu ASTM D4684 – 08 dan/atau dokumen terkait lain yang menyertainya.



Metode uji standar untuk penentuan *yield stress* dan viskositas *apparent* minyak lumas mesin pada temperatur rendah¹

Standard test method for determination of yield stress and apparent viscosity of engine oils at low temperature¹

1 Ruang lingkup*

1.1 Metode uji ini mencakup pengukuran *yield stress* dan viskositas minyak lumas mesin setelah pendinginan pada kecepatan terkontrol selama lebih dari 45 jam, hingga temperatur akhir pengujian mencapai -10 sampai -40 °C. Pengukuran viskositas dilakukan pada tegangan geser 525 Pa dengan kecepatan geser antara 0,4 hingga 15 detik⁻¹. Viskositas yang diukur pada tegangan geser tersebut menunjukkan korelasi terbaik antara temperatur dimana viskositas mencapai nilai kritis dan temperatur ambang batas kegagalan pemompaan pada mesin.

1.2 Metode uji ini terdiri dari dua prosedur : Prosedur A memasukkan beberapa perlengkapan dan modifikasi prosedural dari metode uji D4684-02 yang dapat menghasilkan peningkatan ketelitian dari pengujian, sedangkan prosedur B sama dengan metode uji D4684-02. Prosedur A berlaku untuk peralatan yang menggunakan teknologi pendinginan termoelektrik atau teknologi refrigerasi langsung terbaru sebagai alat pengatur temperatur. Prosedur B dapat menggunakan peralatan yang sama dengan Prosedur A atau menggunakan peralatan yang didinginkan oleh sirkulasi methanol.

¹ Metoda uji ini di bawah yurisdiksi ASTM Committee D02 on Petroleum Products and Lubricants dan di bawah tanggung jawab langsung dari Subcommittee D02.07 on Flow Properties.

Edisi terakhir disahkan pada tanggal 1 Desember 2008. Diterbitkan pada bulan Januari 2009. Edisi awal disahkan pada tahun 1987. edisi terakhir disahkan pada tahun 2007 sebagai D 4684-07^{ε1}.

* Ringkasan Perubahan diberikan pada akhir standar ini

1 Scope*

1.1 This test method covers the measurement of the yield stress and viscosity of engine oils after cominyak at controlled rates over a period exceeding 45 h to a final test temperature between -10 and -40 °C. The viscosity measurements are made at a shear stress of 525 Pa over a shear rate of 0,4 to 15 s⁻¹. The viscosity as measured at this shear stress was found to produce the best correlation between the temperature at which the viscosity reached a critical value and borderline pumping failure temperature in engines.

1.2 This test method contain two procedures: Procedure A incorporates several equipment and procedural modifications from Test Method D 4684-02 that have shown to improve the precision of the test, while Procedure B is unchanged from Test Method D 4684-02. Additionally, Procedure A applies to those instruments that utilize thermoelectric cooling technology or direct refrigeration technology of recent manufacture for instrument temperature control. Procedure B can use the same instruments used in Procedure A or those cooled by circulating methanol.

¹ This test method is under the jurisdiction of ASTM Committee D02 on Petroleum Products and Lubricants and is the direct responsibility of Subcommittee D02.07 on Flow Properties.

Current edition approved Dec. 1, 2008. Published January 2009. Originally approved in 1987. Last previous edition approved in 2007 as D 4684-07^{ε1}.

* A Summary of Changes section appears at the end of this standard.



1.3 Prosedur A pada metode uji ini memiliki kisaran ketelitian kurang dari 35 hingga 210 Pa untuk *yield stress* dan kisaran viskositas *apparent* 4 300 hingga 270 000 mPa·s. Prosedur pengujian ini dapat menentukan *yield stress* dan nilai viskositas yang lebih tinggi.

1.4 Metode uji ini dapat diterapkan untuk minyak baru, yang kadang disebut minyak segar, dirancang untuk kedua penggunaan mesin yaitu tugas ringan dan tugas berat. Metode uji ini juga terbukti sesuai untuk minyak diesel bekas. Penerapannya untuk produk petroleum selain dari minyak lumas mesin belum ditetapkan.

1.5 Nilai-nilai dinyatakan dalam unit SI digunakan sebagai standard. Tidak ada unit pengukuran lain yang digunakan pada standard ini.

1.5.1 Pengecualian — Metode uji ini menggunakan miliPascal detik (mPa·s) sebagai satuan viskositas. Sebagai informasi, unit centipoise (cP), yang setara ditunjukkan dalam tanda kurung.

1.6 *Standar ini tidak mencakup semua hal mengenai keselamatan, jika ada, hanya yang berhubungan dengan penggunaannya. Pengguna standar ini bertanggung jawab untuk mengadakan latihan keselamatan dan kesehatan kerja yang tepat dan menentukan penerapan batasan peraturan sebelum digunakan.*

2 Acuan normatif

2.1 Standar ASTM:²

D3829, *Test Method for Predicting the Borderline Pumping Temperature of Engine Oil*

² Untuk acuan standar ASTM, kunjungi website ASTM, www.astm.org atau hubungi ASTM Customer Service di service@astm.org. Untuk informasi volume buku tahunan standar ASTM, mengacu ke rangkuman halaman dokumen standar di website ASTM.

1.3 Procedure A of this test method has precision stated for a yield range from less than 35 Pa to 210 Pa and apparent viscosity range from 4 300 to 270 000 mPa·s. The test procedure can determine higher yield stress and viscosity levels.

1.4 This test method is applicable for unused oils, sometimes referred to as fresh oils, designed for both light duty and heavy duty engine applications. It also has been shown to be suitable for used diesel oils. The applicability to petroleum products other than engine oils has not been determined.

1.5 The values stated in SI units are to be regarded as standard. No other units of measurement are included in this standard.

1.5.1 Exception — This test method uses the milliPascal second (mPa·s) as the unit of viscosity. For information, the equivalent unit, centiPoise (cP), is shown in parentheses.

1.6 *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.*

2 Referenced documents

2.1 ASTM Standards:²

D3829, *Test Method for Predicting the Borderline Pumping Temperature of Engine Oil*

² For referenced ASTM standards, visit the ASTM website, www.astm.org, or contact ASTM Customer Service at service@astm.org. For *Annual Book of ASTM Standards* volume information, refer to the standard's Document Summary page on the ASTM website.

2.2 Standar ISO:³

ISO 17025, *General Requirements for the Competence of Testing and Calibration Laboratories*

ISO Guide 34, *General Requirements for the Competence of Reference Material Producers*

ISO Guide 35, *Certification of Reference Materials*

3 Istilah dan definisi

3.1 Definisi

3.1.1

viskositas *apparent*

penentuan viskositas yang diperoleh dengan menggunakan metode uji ini.

3.1.2

minyak atau cairan *Newtonian*

minyak atau cairan yang pada temperatur tertentu menunjukkan viskositas konstan pada seluruh kecepatan geser atau tegangan geser.

3.1.3

minyak atau cairan *non Newtonian*

minyak atau cairan yang pada temperatur tertentu menunjukkan viskositas yang bervariasi dengan berubahnya tegangan geser atau kecepatan geser

3.1.4

kecepatan geser

gradien kecepatan dalam aliran fluida. Untuk cairan *Newtonian* pada *concentric cylinder rotary viscometer* dimana tegangan geser diukur pada permukaan dalam silinder (peralatan seperti ini dibahas pada Subpasal 6.1), dan dengan mengabaikan setiap dampak akhir, kecepatan geser diberikan sebagai berikut:

³ Tersedia International Organization for Standardization (ISO), 1 rue de Varembé, Case postale 56, CH-1211, Geneva 20, Switzerland, <http://www.iso.ch>.

2.2 ISO Standard:³

ISO 17025, *General Requirements for the Competence of Testing and Calibration Laboratories*

ISO Guide 34, *General Requirements for the Competence of Reference Material Producers*

ISO Guide 35, *Certification of Reference Materials*

3 Terminology

3.1 Definitions:

3.1.1

apparent viscosity

the determined viscosity obtained by use of this test method.

3.1.2

Newtonian oil or fluid

an oil or fluid that at a given temperature exhibits a constant viscosity at all shear rates or shear stresses.

3.1.3

non-Newtonian oil or fluid

an oil or fluid that at a given temperature exhibits a viscosity that varies with changing shear stress or shear rate.

3.1.4

shear rate

the velocity gradient in fluid flow. For a *Newtonian* fluid in a *concentric cylinder rotary viscometer* in which the shear stress is measured at the inner cylinder surface (such as this apparatus, described in 6.1), and ignoring any end effects, the shear rate is given as follows:

³ Available from International Organization for Standardization (ISO), 1 rue de Varembé, Case postale 56, CH-1211, Geneva 20, Switzerland, <http://www.iso.ch>.



$$G_r = \frac{2(\Omega)R_s^2}{R_s^2 - R_r^2} \quad (1)$$

$$= \frac{4(\pi) R_s^2}{t (R_s^2 - R_r^2)} \quad (2)$$

keterangan :

G_r = kecepatan geser pada permukaan rotor per detik, s⁻¹

Ω = kecepatan sudut, rad/detik

R_s = jari-jari stator, mm

R_r = jari-jari rotor, mm, dan

t = waktu dalam detik untuk satu kali perputaran rotor.

$$G_r = \frac{2(\Omega)R_s^2}{R_s^2 - R_r^2} \quad (1)$$

$$= \frac{4(\pi) R_s^2}{t (R_s^2 - R_r^2)} \quad (2)$$

where:

G_r = shear rate at the surface of the rotor in reciprocal seconds, s⁻¹,

Ω = angular velocity, rad/s,

R_s = stator radius, mm,

R_r = rotor radius, mm, and

t = time in seconds for one revolution of the rotor.

Untuk peralatan khusus dibahas pada 6.1.1,

For the specific apparatus being described in 6.1.1,

$$G_r = 63/t \quad (3)$$

$$G_r = 63/t \quad (3)$$

3.1.5**tegangan geser**

gaya dorong per unit area pada aliran fluida. Untuk *rotary viscometer* yang diterangkan ini, permukaan rotor adalah daerah yang terkena geser atau daerah geseran.

3.1.5**shear stress**

the motivating force per unit area for fluid flow. For the rotary viscometer being described, the rotor surface is the area under shear or the shear area.

$$T_r = 9.81 M (R_o + R_t) \times 10^{-6} \quad (4)$$

$$S_r = \frac{T_r}{2 (\pi) R_r^2 h} \times 10^9 \quad (5)$$

$$T_r = 9.81 M (R_o + R_t) \times 10^{-6} \quad (4)$$

$$S_r = \frac{T_r}{2 (\pi) R_r^2 h} \times 10^9 \quad (5)$$

keterangan:

T_r = torsi rotor, N.m,

M = massa, g,

R_o = jari-jari poros, mm,

R_t = jari-jari tali *string*, mm,

S_r = tegangan geser pada permukaan rotor, Pa, dan

h = tinggi rotor, mm.

where:

T_r = torque applied to rotor, N.m,

M = applied mass, g,

R_o = radius of the shaft, mm,

R_t = radius of the string, mm,

S_r = shear stress at the rotor surface, Pa, and

h = height of the rotor, mm.

Untuk ukuran yang diberikan pada 6.1.1

For the dimensions given in 6.1.1,

$$T_r = 31.7 M \times 10^{-6} \quad (6)$$

$$S_r = 3.5 M \quad (7)$$

$$T_r = 31.7 M \times 10^{-6} \quad (6)$$

$$S_r = 3.5 M \quad (7)$$

3.1.6**viskositas**

perbandingan antara tegangan geser dengan kecepatan geser yang diaplikasikan, kadang disebut koefisien viskositas dinamis. Nilai ini merupakan ukuran tahanan fluida untuk mengalir. Satuan SI untuk viskositas adalah pascal detik [Pa.s]. Satu centipoise (cP) adalah

3.1.6**viscosity**

the ratio between the applied shear stress and rate of shear, sometimes called the coefficient of dynamic viscosity. This value is thus a measure of the resistance to flow of the liquid. The SI unit of viscosity is the pascal second [Pa.s]. A centipoise (cP) is one millipascal second [mPa.s].

satu mili pascal detik [mPa.s].

3.2 Definisi istilah-istilah khusus untuk standar ini:

3.2.1

minyak pengkalibrasi

minyak yang menjadi kerangka acuan peralatan untuk viskositas *apparent* terhadap kecepatan, dengan ini viskositas *apparent* minyak uji ditentukan. Minyak pengkalibrasi, yang merupakan cairan Newtonian, dapat diperoleh dari pemasok yang memenuhi ISO Guide 34, ISO Guide 35, dan ISO 17025 dengan ketertelusuran ke Badan Metrologi Nasional (NMI). Minyak pengkalibrasi ini memiliki viskositas sekitar 30 Pa.s (30 000 cP) pada - 20 °C atau 60 Pa.s (60 000 cP) at - 25 °C.

3.2.2

konstanta sel

perbandingan dari viskositas cairan pengkalibrasi terhadap waktu yang diperlukan untuk menyelesaikan tiga putaran awal dari rotor.

3.2.3

minyak uji

minyak yang viskositas *apparent* dan *yield stress*-nya akan ditentukan dengan metode uji ini.

3.2.4

minyak baru

minyak yang belum pernah digunakan pada mesin yang beroperasi.

3.2.5

minyak bekas

minyak yang telah digunakan pada mesin yang beroperasi.

3.2.6

yield stress

tegangan geser yang diperlukan untuk memulai aliran. Untuk seluruh cairan Newtonian dan beberapa cairan non Newtonian, *yield stress*-nya adalah nol. Minyak lumpur mesin dapat mempunyai *yield stress*, yang merupakan fungsi dari kecepatan pendinginan pada temperatur rendah, waktu rendam, dan temperatur.

3.2 Definitions of terms specific to this standard:

3.2.1

calibration oils

those oils that establish the instrument's reference framework of apparent viscosity versus speed, from which the apparent viscosities of test oils are determined. Calibration oils, which are essentially Newtonian fluids, shall be obtained from suppliers complying with ISO Guide 34, ISO Guide 35, and ISO 17025 with traceability to a national metrology institute (NMI). These calibration oils will have an approximate viscosity of 30 Pa.s (30 000 cP) at - 20 °C or 60 Pa.s (60 000 cP) at - 25 °C.

3.2.2

cell constant

the ratio of the calibration fluid viscosity to the time required to complete the first three measured revolutions of the rotor.

3.2.3

test oil

any oil for which the apparent viscosity and yield stress are to be determined by this test method.

3.2.4

unused oil

an oil which has not been used in an operating engine.

3.2.5

used oil

an oil which has been used in an operating engine.

3.2.6

yield stress

the shear stress required to initiate flow. For all Newtonian fluids and some non-Newtonian fluids, the yield stress is zero. An engine oil can have a yield stress that is a function of its low-temperature cominyak rate, soak time, and temperature.



4 Ringkasan metode uji

4.1 Sampel minyak lumas mesin dipertahankan pada suhu 80 °C dan kemudian didinginkan dengan kecepatan pendinginan yang terprogram hingga temperatur uji akhir dan dipertahankan selama jangka waktu tertentu. Pada akhir periode tersebut, secara perlahan Torsi beban pada poros rotor dinaikkan hingga terjadi putaran untuk mengukur *yield stres*. Torsi yang lebih tinggi dibebankan untuk menentukan viskositas *apparent* dari sampel tersebut.

5 Arti dan kegunaan

5.1 Bilamana minyak lumas mesin didinginkan, kecepatan dan lama pendinginan dapat mempengaruhi *yield stress* dan viskositasnya. Pada uji laboratorium ini, minyak lumas mesin didinginkan secara perlahan hingga kisaran temperatur dimana kristalisasi lilin akan terjadi, diikuti dengan pendinginan yang lebih cepat hingga temperatur uji terakhir. Hasil uji laboratorium ini telah memprediksi kegagalan dari minyak lumas mesin yang diketahui akan gagal di lapangan karena kurangnya *pumpability*.⁴ Minyak yang telah dinyatakan gagal ini terdiri dari minyak yang umumnya diuji pada -25 °C. Kegagalan di lapangan ini diyakini sebagai akibat pembentukan struktur gel pada minyak yang menyebabkan *yield stress* atau viskositas yang terlalu tinggi dari minyak lumas mesin, atau keduanya.

5.2 Profil pendinginan:

5.2.1 Untuk minyak yang diuji pada -20 °C atau lebih dingin, berlaku Tabel X1.1. Profil pendinginan yang diuraikan pada Tabel X1.1 didasarkan pada sifat viskositas dari ASTM *Pumpability Reference Oil* (PRO).

⁴ Pumpability Reference Oils (PRO) 21 hingga 29.

4 Summary of test method

4.1 An engine oil sample is held at 80 °C and then cooled at a programmed cooling rate to a final test temperature and held for a specified time period. At the end of this period, a series of increasing low torques are applied to the rotor shaft until rotation occurs to determine the yield stress, if any is exhibited. A higher torque is then applied to determine the apparent viscosity of the sample.

5 Significance and use

5.1 When an engine oil is cooled, the rate and duration of cooling can affect its yield stress and viscosity. In this laboratory test, an engine oil is slowly cooled through a temperature range where wax crystallization is known to occur, followed by relatively rapid cooling to the final test temperature. These laboratory test results have predicted as failures the known engine oils that have failed in the field due to the lack of oil pumpability.⁴ These documented field failing oils have all consisted of oils normally tested at -25 °C. These field failures are believed to be the result of the oil forming a gel structure that results in excessive yield stress or viscosity of the engine oil, or both.

5.2 Cooling profiles:

5.2.1 For oils to be tested at -20 °C or colder, Table X1.1 applies. The cominyak profile described in Table X1.1 is based on the viscosity properties of the ASTM *Pumpability Reference Oils* (PRO).

⁴ Pumpability Reference Oils (PRO) 21 through 29.

Kumpulan minyak ini termasuk minyak dengan sifat alir pada temperatur rendah yang normal dan minyak yang dianggap mempunyai masalah kemampuan untuk dipompa (*pumpability*) pada temperatur rendah (1-5).⁵ Nilai untuk profil temperatur -35 dan -40 °C didasarkan pada data yang diambil dari "Cold Starting and Pumpability Studies in Modern Engines" yang dilakukan oleh ASTM (6,7).

This series of oils includes oils with normal low-temperature flow properties and oils that have been associated with low-temperature pumpability problems (1-5).⁵ Significance for the -35 and -40 °C temperature profiles is based on the data collected from the "Cold Starting and Pumpability Studies in Modern Engines" conducted by ASTM (6,7).

5.2.2 Untuk minyak yang akan diuji pada -15 atau -10 °C berlaku Tabel X1.2. Tidak ada nilai yang ditetapkan untuk profil temperatur ini karena tidak adanya minyak acuan yang sesuai. Demikian pula presisi metode uji yang menggunakan profil ini untuk temperatur uji -10 °C tidak diketahui. Profil temperatur pada Tabel X1.2 diperoleh dari Tabel X1.1 yang temperturnya dinaikkan relatif lebih tinggi dari Tabel X1.1 mengingat kemungkinan titik-kabut yang lebih tinggi pada minyak kental yang diuji pada -15 dan -10 °C.

5.2.2 For oils to be tested at -15 or -10 °C, Table X1.2 applies. No significance has been determined for this temperature profile because of the absence of appropriate reference oils. Similarly, precision of the test method using this profile for the -10 °C test temperature is unknown. The temperature profile of Table X1.2 is derived from the one in Table X1.1 and has been moved up in temperature, relative to Table X1.1, in consideration of the expected higher cloud points of the viscous oils tested at -15 and -10 °C.

6 Peralatan

6 Apparatus

6.1 Viskometer *mini-rotary* — suatu alat yang terdiri dari satu atau lebih sel viskometrik di dalam blok yang temperturnya terkontrol. Setiap sel berisi rangkaian rotor-stator terkalibrasi. Rotor harus memiliki palang melintang yang cukup panjang di ujung atas poros sehingga memungkinkan pin pengunci (Subpasal 6.6) untuk menghentikan perputaran ketika mencapai setengah putaran. Perputaran rotor dihasilkan oleh pembebanan melalui benang yang terikat melingkari poros rotor.

6.1 Mini-rotary viscometer — An apparatus that consists of one or more viscometric cells in a temperature-controlled block. Each cell contains a calibrated rotor-stator set. The rotor shall have a crossbar near the top of the shaft extending in both directions far enough to allow the locking pin (6.6) to stop rotation at successive half turns. Rotation of the rotor is achieved by an applied load acting through a string wound around the rotor shaft.

6.1.1 *Cell* viskometer *mini-rotary* mempunyai ukuran tipikal sebagai berikut:

Diameter rotor	(17,0 ± 0,08) mm
Panjang rotor	(20,0 ± 0,14) mm
Diameter dalam sel	(19,07 ± 0,08) mm
Jari-jari poros	(3,18 ± 0,13) mm
Jari-jari benang	0,1 mm

6.1.1 The mini-rotary viscometric cell has the following typical dimensions:

Diameter of rotor	(17,0 ± 0,08) mm
Length of rotor	(20,0 ± 0,14) mm
Inside diameter of cell	(19,07 ± 0,08) mm
Radius of shaft	(3,18 ± 0,13) mm
Radius of string	0,1 mm

⁵ Angka-angka tebal dalam tanda kurung merujuk pada referensi di akhir standar ini.

⁵ The boldface numbers in parentheses refer to the references at the end of this standard.

6.1.2 Pelindung sel — Sebuah pelindung ditempatkan di atas kepala sel viskometer untuk mengurangi sirkulasi udara ke dalam sel, dibutuhkan untuk mendinginkan peralatan. Pelindung sel berbentuk tabung bertingkat berukuran panjang (38 ± 1) mm $((1,5 \pm 0,05)$ inci) terbuat dari bahan dengan konduktivitas termal yang rendah, contohnya termoplastik seperti *acetyl copolymers* yang diketahui ketahanan solven-nya dan sesuai untuk digunakan di kisaran temperatur pada metode uji ini. Bagian atasnya berdiameter (28 ± 1) mm $((1,10 \pm 0,05)$ inci) dan bagian bawahnya berdiameter 19 mm (0,745 inci) dengan toleransi sesuai dengan diameter sel. Toleransi bagian bawahnya disesuaikan hingga dengan mudah dipasangkan ke sel namun tidak memungkinkan untuk menyentuh poros rotor. Potongannya memiliki lubang tengah berukuran (11 ± 1) mm $(0,438 \pm 0,05)$ inci). Tutup kepala sel di buat menjadi dua bagian sama besar untuk memudahkan pemasangannya di kepala sel.

6.1.2.1 Pelindung sel tidak boleh digunakan pada peralatan refrigerasi langsung, karena akan menghalangi aliran udara kering dingin ke stator untuk menjaganya dari pembentukan bunga es.

6.2 Pembebanan:

6.2.1 Pengukuran *yield stress* — Satu set terdiri dari sepuluh beban, masing-masing dengan massa $(10 \pm 0,1)$ g. Salah satu beban adalah pemegang dari beban yang lain.

6.2.2 Pengukuran viskositas — Pembebanan dengan massa $(150 \pm 1,0)$ g.

6.3 Sistem kontrol temperatur — akan mengatur temperatur blok viskometer mini-rotary sesuai dengan batas temperatur yang diuraikan pada Tabel X1.1 atau X1.2.

6.3.1 Pengontrol temperatur — bagian yang paling kritis dari prosedur ini. Uraian persyaratan yang harus dipenuhi oleh pengontrol dicantumkan pada Lampiran X2.

6.3.2 Profil temperatur — profil temperatur

6.1.2 Cell cap — A cover inserted into the top of the viscometer cell to minimize room air circulation into the cells is required for thermometrically cooled instruments. The cell cap is a stepped cylinder (38 ± 1) mm $((1,5 \pm 0,05)$ in.) in length made of a low thermal conductivity material, for example, thermoplastic such as acetyl copolymers that have known solvent resistivity and are suitable for use between the temperature ranges of this test method. The top half is (28 ± 1) mm $((1,10 \pm 0,05)$ in.) in diameter and the bottom half is 19 mm (0,745 in.) in diameter with a tolerance consistent with the cell diameter. The tolerance on the bottom half is such that it will easily fit into cell but not allow cap to contact rotor shaft. The piece has a center bore of (11 ± 1) mm $(0,438 \pm 0,05)$ in.). The cap is made in two halves to facilitate placement in the top of the cell.

6.1.2.1 Cell caps shall not be used in the direct refrigeration instruments, since such use would block the flow of cold, dry air into the stators to keep them frost-free.

6.2 Weights:

6.2.1 Yield stress measurement—A set of ten weights, each with a mass of $(10 \pm 0,1)$ g. One of the weights is a holder for the other weights.

6.2.2 Viscosity measurement — Weight with mass of $(150 \pm 1,0)$ g.

6.3 Temperature control system — Regulates the mini rotary viscometer block temperature in accordance with the temperature requirements described in Table X1.1 or Table X1.2.

6.3.1 Temperature controller — As a very critical part of this procedure, a description of the requirements that the controller shall meet are included in Appendix X2.

6.3.2 Temperature profile — The

selengkapnya dijelaskan pada Tabel X1.1 dan Tabel X1.2.

6.4 Termometer — untuk mengukur temperatur blok. Dibutuhkan dua buah yang satu dengan skala sekurang-kurangnya 70 hingga 90°C dengan sub pembagian 1 °C, yang lainnya dengan skala sekurang-kurangnya -36 hingga +5 °C atau -45 hingga +5 °C, dengan sub pembagian 0,2 °C. Alat ukur temperatur dengan akurasi dan resolusi yang sama dapat digunakan untuk mengukur temperatur, seperti pengukur digital menggunakan *resistance temperature detector (RTD)* atau sensor termistor.

6.4.1 Jika menggunakan alat ukur temperatur berpenutup logam, harus diperhatikan penutup/*casing* logam tersebut tidak akan menyebabkan bias pada pengukuran. Telah diketahui beberapa alat berpenutup logam menunjukkan hasil pengukuran yang lebih tinggi dari temperatur sebenarnya. Hal ini biasanya disebabkan konduksi panas dari penutup logam namun bisa juga ada penyebab lain.

6.5 Pasokan gas kering — Pasokan gas kering yang telah disaring untuk menghindari kondensasi uap air di bagian atas peralatan.

6.5.1 Untuk peralatan yang didinginkan secara thermoelektrik yang menggunakan pelindung sel, pasokan gas kering dihubungkan dengan penutup. Pasokan gas kering dihentikan pada waktu penutup diambil pada tahapan pengukuran pengujian.

6.6 Pin pengunci — Alat untuk menjaga rotor agar tidak berputar sebelum saatnya dan menghentikan perputaran rotor pada setengah putaran pertama dengan cara kontak dengan *rotor crossbar*.

7 Pereaksi dan bahan

7.1 Minyak *Newtonian* — Minyak untuk mengkalibrasi sel viskometrik, dengan titik kabut rendah, viskositas sekitar 30 Pa.s (30 000 cP) pada -20 °C untuk prosedur B atau 60 Pa.s (60 000 cP) pada -25 °C untuk

temperature profile is fully described in Table X1.1 and Table X1.2.

6.4 Thermometers—For measuring the temperature of the block. Two are required, one graduated from at least +70 to 90 °C in 1°C subdivisions, the other with a scale from at least -36 to +5 °C or -45 to +5 °C, in 0,2 °C subdivisions. Other thermometric devices of equal accuracy and resolution may be used to measure the temperature, such as digital meters using resistance temperature detector (RTD) or a thermistor sensor.

6.4.1 When using metal encased thermometric devices, care should be taken that the metal case does not create a biased temperature reading. It has been observed that some metal sheathed devices indicate a higher than actual temperature of the sample. This is typically caused by heat conduction through the metal sheath but there can be other causes.

6.5 Supply of dry gas — A supply of dry filtered dry gas to minimize moisture condensation on the upper portions of the instrument.

6.5.1 For thermoelectric cooled instruments, which use cell caps, the dry gas supply is connected to the housing cover. The supply of dry gas is discontinued when the cover is removed for the measurement phase of the test.

6.6 Locking pin — A device to keep the rotor from turning prematurely and able to stop the rotor at the nearest half revolution by interaction with the rotor crossbar.

7 Reagents and materials

7.1 *Newtonian* oil — A low cloud-point of approximately 30 Pa.s (30 000 cP) viscosity at -20 °C for procedure B or 60 Pa.s (60 000 cP) at -25°C for Procedure A for calibration of the viscometric cells.

prosedur A.

7.2 *Methanol* — Metanol kering baik komersial maupun teknis yang diperlukan untuk mendinginkan beberapa unit cocok untuk penangas dingin. (**Peringatan** — Mudah menyala).

7.3 Pelarut minyak — Heptana komersial atau pelarut sejenis yang menguap tanpa meninggalkan residu (**Peringatan** — Mudah menyala).

7.4 Aseton — Aseton teknis dapat digunakan asalkan tidak meninggalkan residu setelah penguapan (**Peringatan** — Mudah menyala).

7.2 Methanol — Commercial or technical grade of dry methanol is suitable for refrigerated cooling bath required for some units. (**Warning**—Flammable).

7.3 Oil solvent — Commercial heptanes or similar solvent that evaporates without leaving a residue is suitable. (**Warning**—Flammable).

7.4 Acetone—A technical grade of acetone is suitable provided it does not leave a residue upon evaporation. (**Warning**—Flammable).

Prosedur A

8 Pengambilan sampel

8.1 Sampel minyak uji yang mewakili, bebas dari bahan padat tersuspensi dan air, diperlukan untuk menghasilkan pengukuran viskositas yang valid. Jika sampel dalam wadahnya diterima dengan temperatur di bawah temperatur titik embun ruangan, biarkan sampel mencapai temperatur ruangan sebelum membuka wadahnya.

9 Kalibrasi dan standarisasi

9.1 Prosedur kalibrasi — Untuk peralatan yang sensor temperaturnya tidak terpasang permanen dengan pengatur temperatur, lakukan kalibrasi sensor temperatur pada blok MRV ketika sensor terpasang pada pengatur temperatur.

9.1.1 Temperatur kalibrasi harus diverifikasi menggunakan termometer rujukan seperti tercatat pada Subpasal 6.4 di sekurangnya tiga temperatur.

9.1.2 Saat kalibrasi semua sel terisi 10 mL cairan tipikal dengan rotor dan, jika perlu, tutup kepala sel terpasang. Tutup kepala sel tidak boleh digunakan pada peralatan refrigerasi langsung. (lihat 6.1.2)

9.1.3 Jadikan pengukuran temperatur sekurangnya berbeda 5 °C dan sertakan

Procedure A

8 Sampling

8.1 A representative sample of test oil free from suspended sminyak lumasd material and water is necessary to obtain valid viscosity measurements. If the sample in its container is received below the dew-point temperature of the room, allow the sample to warm to room temperature before opening the container.

9 Calibration and standardization

9.1 Calibration procedure — For those instruments in which the temperature sensor is not permanently attached to the temperature controller, calibrate the temperature sensor in the MRV block while the sensor is attached to the temperature controller.

9.1.1 The sensed temperature calibration shall be verified using a reference thermometer noted in 6.4 at a minimum of three temperatures.

9.1.2 During the calibration all the cells are to contain 10 mL of a typical fluid with the rotor and, if required, cell caps in place. Cell caps shall not be used for direct refrigeration instruments (see 6.1.2).

9.1.3 Make these temperature measurements at least 5 °C apart and

pengukuran di $-5\text{ }^{\circ}\text{C}$ dan temperatur uji terendah untuk menghasilkan kurva kalibrasi untuk kombinasi sensor dan pengatur temperatur tersebut. Lakukan sekurangnya dua pengukuran temperatur pada setiap temperatur kalibrasi dengan sekurangnya 10 menit setiap pengamatan. Untuk peralatan yang menggunakan pengatur temperatur terpisah, lihat X2.1 untuk petunjuk kalibrasi.

CATATAN 1 Semua temperatur pada metode uji ini mengacu pada temperatur sebenarnya dan tidak selalu temperatur yang tercantum pada alat.

9.2 Konstanta kalibrasi setiap kombinasi rotor/stator dapat ditentukan dengan melakukan dua pengujian pada $-25\text{ }^{\circ}\text{C}$ menggunakan standar viskometrik sebagai sampel uji.

9.2.1 Setiap sel harus dikalibrasi dua kali dan konstanta kalibrasi dihitung dari rata-rata hasil dua penentuan waktu untuk tiga kali putaran rotor. Ketika dua pengkalibrasian sel dilakukan berurutan, pengujian kedua harus menggunakan sampel baru dari standar dengan pembersihan dilakukan di antaranya.

CATATAN 2 Sekali satu set rotor telah dikalibrasi pada peralatan, pengecekan kalibrasi selanjutnya dapat dilakukan dengan sekali penentuan jika kriteria pada Subpasal 9.11 telah dipenuhi.

9.2.2 Beban 150 g yang sama digunakan baik pada kalibrasi maupun pengukuran viskositas. Namun, beban yang berbeda dapat digunakan untuk kalibrasi dan pengukuran viskositas jika massa kedua beban tersertifikasi pada $(150 \pm 0,1)\text{ g}$.

9.3 Menggunakan langkah Subpasal 10.1, persiapkan sel untuk siklus pengujian kalibrasi.

CATATAN 3 Sebelum memasang rotor pada cell, periksa setiap rotor untuk memastikan bahwa porosnya lurus, permukaan rotor licin dan bebas dari kotoran, goresan dan cacat lainnya. Untuk rotor dengan bantalan penunjuk di ujung poros, pastikan bahwa penunjuk tersebut runcing dan di tengah sumbu poros rotor. Jika kondisi ini tidak dipenuhi, perbaiki dan ganti rotor.

include both $-5\text{ }^{\circ}\text{C}$ and the lowest test temperature used to establish a calibration curve for this combination of temperature sensor and controller. Make at least two temperature measurements at every calibration temperature with at least 10 min between observations. For instruments using an independent temperature controller, see X2.1 for calibration guidance.

NOTE 1 All temperatures in this test method refer to the actual temperature and not necessarily the indicated temperature.

9.2 The calibration constant of each rotor/stator combination is determined by conducting two tests at $-25\text{ }^{\circ}\text{C}$ using a viscometric standard as a test sample.

9.2.1 Each cell shall be calibrated twice and the resulting calibration constant is to be calculated from the average of the two determinations of the time for three revolutions of the rotor. When the two cell calibrations are consecutive, the second test shall be on a new sample of standard with cleaning between the steps.

NOTE 2 Once a set of rotors have been calibrated in an instrument, subsequent calibration checks can be single determinations if the criteria of 9.11 are met.

9.2.2 The same 150 g weight is to be used for both calibration and viscosity measurements. However, different weights may be used for calibration and viscosity measurements if the masses of the two weights are certified to be $(150 \pm 0,1)\text{ g}$.

9.3 Using steps in 10.1, prepare the cells for the calibration test cycle.

NOTE 3 Before inserting the rotors in the cells, inspect each rotor to be sure that the shaft is straight, that the rotor surface is smooth and free from dents, scratches and other imperfections. For rotors with a bearing point at the bottom of the shaft, ensure that the point is sharp and centered on the rotor shaft. If these conditions are not met, repair or replace the rotor.

9.4 Menggunakan baik profil temperatur kalibrasi untuk peralatan (ataupun, sebagai alternatif, profil pendinginan pada metode uji D3829) untuk temperatur pengujian dari cairan acuan, ikuti manual petunjuk penggunaan peralatan untuk memulai program profil pendinginan.

CATATAN 4 Dengan penggunaan profil temperatur kalibrasi diungkinkan untuk menyelesaikan penentuan dua konstanta sel dalam satu hari.

9.5 Letakkan termometer pada *thermowell*. Penempatan *thermowell* yang sama akan digunakan pada semua pengukuran.

9.5.1 Termometer harus diletakkan ke dalam *thermowell* sekurangnya satu jam sebelum menyelesaikan pengujian.

9.6 Pada saat menyelesaikan pengerjaan profil temperatur, periksa bahwa temperatur uji terakhir adalah temperatur kalibrasi yang diinginkan sekitar $\pm 0,1$ °C. Temperatur uji terakhir akan diverifikasi secara terpisah terhadap pengatur temperatur menggunakan termometer pada *thermowell*.

9.7 Ikuti prosedur ini untuk setiap sel secara bergantian, dimulai dengan sel terjauh ke sisi sebelah kiri saat menghadap peralatan.

9.7.1 Sejajarkan roda puli dengan poros rotor untuk melakukan pengujian pada sel.

9.7.2 Gantung tali *string* pada roda.

9.7.3 Gantungkan pemegang beban ditambah beban 10 g (total massa 20 g) pada tali *string*.

9.7.4 Lepas pin pengunci.

9.7.5 Kaitkan kembali pin pengunci segera setelah palang melintang dilepaskan dari pin pengunci. Ini akan menghentikan perputaran sekitar setengah putaran penuh.

9.7.6 Lepaskan pemegang beban dan beban 10 g dari tali *string*.

9.7.7 Gantungkan beban 150 g pada tali

9.4 Using either the calibration temperature profile given for the instrument (or, alternatively, the cooling profile given in Test Method D3829) for the test temperature of the reference fluid, follow the owner's manual instructions for the instrument to initiate the cooling profile program.

NOTE 4 The use of the calibration temperature profile makes it possible to complete two cell constant determinations in one day.

9.5 Place the thermometer in the thermowell. The same thermowell location is to be used for all measurements.

9.5.1 The thermometer must be placed into the thermowell at least one hour prior to completion of the test.

9.6 At the completion of the temperature profile, check that the final test temperature is at the desired calibration temperature within $\pm 0,1$ °C. Final test temperature is to be verified independently of the temperature controller using the thermometer in the thermowell.

9.7 Beginning with the cell farthest to the left facing the instrument, follow this procedure for each cell in turn.

9.7.1 Align the pulley wheel with the rotor shaft for the cell to be tested.

9.7.2 Hang the string over the timing wheel.

9.7.3 Suspend the weight holder plus a 10-g weight (total mass 20 g) from string.

9.7.4 Disengage the locking pin.

9.7.5 As soon as the crossbar is clear of the locking pin, reengage the locking pin. This will stop the rotation at approximately one half revolution.

9.7.6 Remove weight holder and 10-g weight from the string.

9.7.7 Suspend the 150-g weight from the

string.

9.7.8 Lepaskan kait pin pengunci dan secara bersamaan mulai penghitungan waktu segera setelah rotor di bebaskan.

9.7.9 Hitung waktu untuk yang dibutuhkan rotor untuk menempuh tepat tiga putaran.

CATATAN 5 Untuk beberapa peralatan, penhitungan waktu mungkin dilakukan secara otomatis.

9.7.10 Setelah tiga putaran, kaitkan kembali pin pengunci dan lepaskan beban dari string.

9.7.11 Catat waktu untuk mencapai tiga putaran dan nomor sel.

9.8 Ulangi langkah 9.7.1-9.7.11 untuk setiap sel yang tersisa secara berurutan.

9.9 Ulangi langkah Subpasal 9.3 – 9.8 untuk mendapatkan set data kalibrasi yang kedua.

9.10 Untuk setiap sel (kombinasi rotor/stator), hitung konstanta kalibrasi menggunakan Persamaan 8 dan 9.

$$t = (t_1 + t_2)/2 \quad (8)$$

$$C = \eta/t \quad (9)$$

keterangan:

η = viskositas minyak standar, mPa·s (cP) pada temperatur uji,
 C = konstanta sel,
 t_1 = waktu yang diperlukan untuk tiga kali putaran rotor pada kalibrasi pertama,
 t_2 = waktu yang diperlukan untuk tiga kali putaran rotor pada kalibrasi kedua,
dan
 t = rata-rata waktu yang diperlukan untuk tiga kali putaran rotor.

9.11 Setelah konstanta kalibrasi telah ditentukan, periksa apakah ada sel yang memiliki konstanta kalibrasi berbeda lebih dari 4% dari rata-rata konstanta kalibrasi atau jika ada sel yang memiliki selisih t_1 dan t_2 lebih besar dari 4% dari rata-rata2 selisih t_1 dan t_2 . Jika ada, maka salah satu atau kedua hasilnya dapat diduga bermasalah. Jika kriteria tersebut tidak terpenuhi,

string.

9.7.8 Disengage the locking pin and simultaneously start timing as soon as the rotor is released.

9.7.9 Determine the time for exactly three revolutions of the rotor.

NOTE 5 For some instruments, the timing may be done automatically.

9.7.10 After three revolutions, reengage the locking pin and remove the weight from the string.

9.7.11 Record the time for three revolutions and the cell number.

9.8 Repeat 9.7.1-9.7.11 for each of the remaining cells in numerical order.

9.9 Repeat 9.3-9.8 for a second set of calibration data.

9.10 For each cell (rotor/stator combination) calculate of the calibration constant using Eq 8 and 9.

$$t = (t_1 + t_2)/2 \quad (8)$$

$$C = \eta/t \quad (9)$$

where:

η = viscosity of the standard oil, mPa·s (cP) at test temperature,
 C = cell constant,
 t_1 = time of three rotor revolutions for first calibration,
 t_2 = time of three rotor revolutions for second calibration,
and
 t = average time of three rotor revolutions.

9.11 After the calibration constants have been determined, check to see if any cell has a calibration constant differing by more than 4% from the average of all cells or if the difference between t_1 and t_2 for any cell is greater than 4% of the average of t_1 and t_2 . If so, then one or both of the results should be considered suspect. If these criteria are not met, examine the indicated



periksa kemungkinan indikasi kerusakan rotor, perbaiki atau ganti jika diperlukan, dan ulangi pengkalibrasian sel.

rotor for damage, repair or replacement as necessary, and repeat the cell calibrations.

9.12 Jika temperature koreksi untuk pengatur temperatur dan termometer berbeda melebihi toleransi (60,1 °C), gunakan prosedur pada X2.2 untuk membantu menentukan penyebab dan koreksinya.

9.12 If corrected values for the controller temperature and thermometer deviate by more than the tolerance (60,1 °C), use the procedure in X2.2 to assist in determining the cause and correction.

10 Prosedur pengukuran *yield stress* dan viskositas

10 Yield stress and viscosity measurement procedure

10.1 Contoh uji dan persiapan sel viskometrik:

10.1 Test sample and viscometric cell preparation:

10.1.1 Jika sel tidak bersih, lihat Subpasal 10.7 untuk prosedur pembersihan.

10.1.1 If the cells are not clean, see 10.7 for the cleaning procedure.

10.1.2 Tuang (10 ± 0,2) mL sampel minyak uji ke dalam sel yang bersih.

10.1.2 Place (10 ± 0,2) mL of test oil samples into the clean cells.

10.1.2.1 Semua sel harus memiliki cairan dan rotor; jika kurang untuk mengisi penuh satu set sel untuk diuji, tuangkan sel yang tidak terpakai dengan sampel uji tipikal.

10.1.2.1 All cells should contain a fluid and rotor; if there are less than a full set of samples to run, fill each of the unused cells with a typical test sample.

10.1.3 Mengisi sel dengan minyak uji — Tempatkan setiap rotor dan minyak uji ke dalam sel, dan letakkan poros pin atas pada posisinya, termasuk sel yang tidak terpakai.

10.1.3 Loading cells with test oils—Place each rotor and test oil in its cell, and place upper pivot pin in position, including any unused cells.

10.1.4 Jika diperlukan pemakaian, pasang penutup kepala *cell* pada setiap sel, termasuk sel yang tidak digunakan.

10.1.4 When use is required, install a cell cap on all cells, including any unused cells.

10.1.5 Untuk setiap sel, kecuali yang tidak digunakan, lingkarkan tali *string* dengan panjang nominal 700 mm sepanjang palang melintang. Gantung tali *string* pada roda menggunakan pembeban kecil yang melekat, misalnya *paper clip* besar. Gulung tali *string* melingkasi poros hingga ujung sekitar 100 mm dibawah roda. Jangan sampai terjadi gulungan rangkap.

10.1.5 For each cell, except any unused ones, place a loop of the nominal 700-mm long string over the crossbar. Hang the string over the timing wheel with a small weight attached such as a large paper clip. Wind the string around the shaft until the end is about 100 mm below the wheel. Do not overlap windings.

CATATAN 6 Semua *string* dapat di gulung dulu mengelilingi poros sebelum dipasang seperti pada 10.1.3.

NOTE 6 The strings can be pre-wound around the shafts before they are installed in 10.1.3.

10.1.5.1 Kaitkan pin pengunci untuk mencegah rotor berputar.

10.1.5.1 Engage the locking pin to prevent the rotor from turning.

10.1.5.2 Uraikan tali *string* yang tersisa diatas pelat bantalan biarkan menggantung di atas bagian belakang pelat.

10.1.5.2 Lay the remaining string over the top of the bearing plate letting it hang over the back of the plate.

10.1.5.3 Ulangi langkah 10.1.5 – 10.1.5.2 hingga semua sel beserta sampel yang akan di ukur telah siap.

10.1.5.3 Repeat 10.1.5–10.1.5.2 until all cells with samples to be measured are prepared.

10.1.6 Letakkan penutup rumah di atas sel viskometrik.

10.1.6 Place the housing cover over the viscometric cells.

10.1.7 Hubungkan pasokan gas kering ke penutup rumah, seperti dicatat di Subpasal 6.5. Atur aliran gas kering sekitar 1 L/h. Tambahkan atau kurangi aliran seperlunya untuk menghindari pembentukan bunga es atau kondensasi uap air di sekitar sel.

10.1.7 Connect the dry gas supply to the housing cover, as noted in 6.5. Set the dry gas flow to approximately 1 L/h. Increase or decrease the flow as necessary to minimize frost or moisture condensation around the cells.

10.2 Pilih profil pendinginan dan ikuti petunjuk peralatan untuk memulai program. Tabel X1.3 memperlihatkan waktu nominal untuk mencapai temperatur uji yang diinginkan.

10.2 Select the cooling profile for the desired test temperature and follow the instrument instructions to initiate the program. Table X1.3 lists the nominal times to reach a particular test temperature.

10.3 Letakkan termometer di dalam *thermowell* sekurangnya satu jam sebelum pengujian selesai. Lokasi *thermowell* yang sama akan digunakan untuk semua pengukuran dan harus sama seperti yang digunakan saat kalibrasi.

10.3 Place the thermometer in the thermowell at least one hour prior to completion of the test. The same thermowell location is to be used for all measurements and must be the same one as was used in the calibration.

10.4 Di penyelesaian profil pendinginan, periksa plot waktu–temperatur untuk memastikan profil waktu-temperatur ada dalam toleransi dan temperatur uji dalam *thermowell* sekitar $\pm 0,2$ °C terhadap temperatur pengujian terakhir. Kedua pemeriksaan mungkin dapat dilakukan secara otomatis menggunakan software yang terdapat pad peralatan. Temperatur uji terakhir akan diverifikasi secara terpisah dari pengatur temperatur. Jika hasil pengujian temperatur melebihi 0,1 °C dari nilai yang telah ditentukan pada dua pengujian secara berurutan, maka sensor temperatur harus dikalibrasi ulang sesuai dengan Subpasal 9.1.

10.4 At the completion of the cooling profile, check the time-temperature plot for the run to ensure that the timetemperature profile is within tolerance and that the test temperature as measured in the thermowell is within $\pm 0,2$ °C of the final test temperature. Both of these checks may be done automatically by the control software incorporated in some instruments. Final test temperature is to be verified independently from the temperature controller. If the final test temperature is more than 0,1 °C from the set point on two consecutive runs, the temperature sensor must be recalibrated according to 9.1.

10.5 Jika profil temperatur berada dalam toleransi, lanjutkan dengan pengukuran. Jika tidak, maka batalkan pengujian dan kalibrasi ulang pengatur temperatur seperti pada Subpasal 9.1.

10.5 If the temperature profile is within tolerance, proceed with measurements. If not, then abort the test and recalibrate temperature controller as in 9.1.



10.6 Pengukuran *yield stress* dan viskositas:

10.6.1 Lepaskan penutup rumah sel dari peralatan secepatnya sebelum memulai pengujian.

10.6.2 Penentuan *yield stress* — Dimulai dari sel terjauh ke sisi sebelah kiri saat menghadap peralatan, gunakan prosedur berikut untuk setiap sel secara berurutan, lewati sel yang tidak digunakan.

10.6.2.1 Sejajarkan roda puli dengan poros rotor dari sel untuk diuji.

10.6.2.2 Gantungkan tali *string* pada roda.

10.6.2.3 Gantungkan pemegang beban 10 g pada tali *string*.

10.6.2.4 Untuk peralatan dengan penghitung waktu otomatis, mulai penghitungan dan kemudian bebaskan pin pengunci. Untuk penghitungan waktu manual, mulai penghitungan segera setelah pin pengunci dilepaskan.

10.6.2.5 Amati apakah ujung palang melintang bergerak melebihi 3 mm dalam 15 detik. (3 mm adalah sekitar dua kali diameter dari palang melintang). Prosedur alternatif dapat dilakukan dengan menggunakan penandaan pada putaran roda yang sama besarnya dengan putaran poros sebesar 3 mm.

10.6.2.6 Sensor gerak roda elektronik, yang tersedia pada beberapa peralatan, dapat menjadi alternatif untuk pengamatan langsung.

10.6.2.7 Jika gerakan rotor terpantau melebihi 3 mm dalam 15 detik pada langkah 10.6.2.5, lepas semua beban 10 g dari tali *string*, dan lanjutkan ke langkah 10.6.3

10.6.2.8 Jika gerakan rotor terpantau kurang dari 3 mm dalam 15 detik pada langkah 10.6.2.5, hentikan penghitungan waktu dan angkat pemegang beban hingga tidak menggantung pada tali *string*. Kemudian tambahkan beban tambahan 10

10.6 Measurement of the yield stress and viscosity:

10.6.1 Immediately prior to starting measurements, take the cell housing cover off the instrument.

10.6.2 Yield stress determination —Starting with the cell farthest to the left while facing the instrument, use the following procedure for each cell in turn, bypassing the unused cells.

10.6.2.1 Align the pulley wheel with the rotor shaft of the cell to be tested.

10.6.2.2 Hang the string over the timing wheel.

10.6.2.3 Suspend the 10-g weight holder from the string.

10.6.2.4 For instruments with automatic timing, start timing and then release the locking pin. For manual timing, start timing immediately after the locking pin is disengaged.

10.6.2.5 Observe whether the end of the crossbar moves more than 3 mm in 15 s. (This 3 mm is approximately twice the diameter of the crossbar.) An alternative procedure is the use of a marked rotation of the timing wheel equivalent to a rotor shaft rotation of 3 mm.

10.6.2.6 Electronic or timing wheel motion-sensing devices, which are available on some instruments, are suitable alternatives to direct observation.

10.6.2.7 If rotor movement of more than 3 mm, or alternative, in 15 s is observed in 10.6.2.5, remove all of the 10-g weights from the end of the string, and proceed to 10.6.3.

10.6.2.8 If a rotor movement of less than 3 mm in 15 s is observed in 10.6.2.5, stop timing and lift the weight holder so it is not supported by the string. Then add an additional 10-g weight to weight holder.

g ke pemegang beban.

CATATAN 7 Saat beban tambahan ditambahkan pada pemegang beban, perlu untuk menggantungkan pemegang dengan beban tambahan pada tali *string* dan mulai kembali penghitungan waktu tanpa menggunakan pin pengunci untuk proses pengujian *yield stress* seterusnya. Ketika menggunakan software yang tersedia pada beberapa peralatan, pastikan bahwa massa yang dibebankan sesuai dengan massa yang diminta oleh program.

NOTE 7 As additional weights are added to the weight holder it is necessary to suspend the holder with the additional weights from the string and restart timing without the use of the locking pin for the remainder of the yield stress assessment. When using software available for some instruments, ensure that the mass applied is the mass requested by the program.

10.6.2.9 Secara hati-hati dan perlahan, gantungkan pemegang beban dengan beban tambahan pada tali *string* dan mulai penghitungan waktu.

10.6.2.9 Carefully and gently, suspend the weight holder with the additional weights from the string and start timing.

10.6.2.10 Ulangi tahapan pada langkah 10.6.2.8 dan 10.6.2.9 hingga beban yang terkumpul menyebabkan putaran pada rotor. Pada titik ini, lepas semua beban dari tali *string*.

10.6.2.10 Repeat steps in 10.6.2.8 and 10.6.2.9 until the accumulated weights causes rotation of the rotor. At this point, remove all the weights from the string.

10.6.2.11 Jika terpantau tidak ada putaran ketika total beban 100 g, catat bahwa *yield stress* adalah >350 Pa, dan lanjutkan dengan langkah 10.6.3.

10.6.2.11 If no rotation is observed with a total of 100 g, record that the yield stress is >350 Pa, and proceed with 10.6.3.

10.6.3 Penentuan viskositas:

10.6.3 Viscosity determination:

10.6.3.1 Gantungkan massa 150 g secara perlahan pada tali string.

10.6.3.1 Gently suspend the 150-g mass from the string.

10.6.3.2 Jika massa 150 g yang dibebankan membuat rotor bergerak, segera setelah lengan rotor terbebas dari pin pengunci, kaitkan kembali pin pengunci. Biarkan terus berputar hingga lengan rotor menyentuh pin pengunci yang menyebabkan putaran terhenti. Jika tidak terjadi putaran yang cukup besar untuk diukur, batalkan pengujian dan lanjutkan ke 10.6.3.7.

10.6.3.2 If the applied mass of 150 g will move the rotor, as soon as the cross-arm is clear of the locking pin, reengage the locking pin. Allow rotation to continue until the cross-arm contacts the locking pin causing rotation to stop. If no appreciable rotation occurs, terminate the test and proceed to 10.6.3.7.

CATATAN 8 *Yield stress* yang akan diukur melebihi tegangan yang dihasilkan dari beban 150 g.

NOTE 8 Yield stresses exceeding the stress exerted by 150 g have been encountered.

10.6.3.3 Ketika menggunakan peralatan yang dapat menghitung waktu rotasi secara otomatis, awali pengukuran viskositas dengan memulai penghitungan waktu, kemudian lepaskan pin pengunci. Ketika penghitungan waktu dilakukan secara manual, mulailah penghitungan waktu segera setelah kait pin pengunci dilepas.

10.6.3.3 When using instruments capable of timing rotation automatically, initiate viscosity measurement by starting timing, then release the locking pin. When timing manually, start timing immediately after the locking pin is disengaged.

10.6.3.4 Hentikan *timer* setelah tiga kali putaran rotor dari titik pelepasan. Jika waktu putaran lebih dari 60 detik, hanya dihitung satu putaran.

CATATAN 9 Penghitungan waktu untuk menyelesaikan tiga putaran dapat dilakukan secara otomatis.

10.6.3.5 Setelah menyelesaikan tiga putaran (satu putaran jika waktu yang dibutuhkan lebih besar dari 60 detik), lepaskan massa dari tali *string*.

10.6.3.6 Catat waktu yang dibutuhkan untuk tiga putaran (satu putaran) dan jumlah putaran untuk menghitung viskositas pada Pasal 11.

10.6.3.7 Jika tidak terjadi perputaran dengan pembebanan seberat 150 g, catat hasil dari contoh tersebut adalah "Terlalu viskos/kental untuk diukur".

10.6.3.8 Ulangi langkah 10.6.2 — 10.6.3.7 untuk pengukuran sel yang selanjutnya.

10.7 Pembersihan:

10.7.1 Ketika semua pengukuran telah selesai, atur alat ke posisi hangat pada temperatur ruangan atau lebih hangat. Pembersihan sel di atas temperatur 55 °C tidak disarankan.

10.7.2 Ketika temperatur pembersihan yang diinginkan tercapai:

10.7.2.1 Untuk peralatan dengan sel yang tak bisa dilepaskan, lepaskan tali *string*, rotor, dan tutup kepala sel, ketika digunakan, kemudian lanjutkan dengan 10.7.3.

10.7.2.2 Untuk peralatan dengan sel yang dapat dilepaskan, dapat mengikuti petunjuk penggunaan untuk sel yang bisa dilepaskan atau lepas sel dari peralatan. Sel yang dapat dilepas dibersihkan dengan mengikuti petunjuk umum pada 10.7.3.

10.6.3.4 Stop the timer after three revolutions of the rotor from point of release. When the time for one revolution is greater than 60 s, time only one revolution.

NOTE 9 The timing of three revolutions may be done automatically.

10.6.3.5 After completing three revolutions (one revolution if the time for it is greater than 60 s), remove mass from string.

10.6.3.6 Record the time for three revolutions (one revolution) and the number of revolutions for calculation of the viscosity in Section 11.

10.6.3.7 If no rotation occurs with the application of the 150-g weight, record the result for that sample as being "Too viscous to measure" (TVTM).

10.6.3.8 Repeat 10.6.2-10.6.3.7 for the remaining cells to be measured.

10.7 Cleaning:

10.7.1 When all measurements have been completed, set the instrument to warm to room temperature or somewhat above. Cleaning cells above a temperature of 55 °C is not recommended.

10.7.2 When the desired cleaning temperature is reached:

10.7.2.1 For instruments with non-removable cells, remove strings, rotors, and cell caps, when used, then proceed with 10.7.3.

10.7.2.2 For instruments with removable cells, either follow instructions for non-removable or remove cells from instrument. The removable cells are to be cleaned by generally following the instructions in 10.7.3.

Table 1 - Presisi
Table 1 - Precision

<i>Yield Stress Precision</i>		
	<i>Repeatability</i>	<i>Reproducibility</i>
Unused Oils	35 Pa	70 Pa
Used Gasoline Engine Oils		
Yield Stress ≤ 35 Pa	35 Pa	35 Pa
Yield Stress > 35 Pa	70 Pa	70 Pa
<i>Apparent Viscosity Precision</i>		
	<i>Repeatability</i>	<i>Reproducibility</i>
Unused Oils		
Viscosity: 4300 to 20 000 mPa · s	6,3% of mean	8,2% of mean
Viscosity: >20 000 mPa · s	7,5% of mean	14,6% of mean
Used Gasoline Engine Oils		
Yield Stress ≤ 35 Pa	11% of mean	15% of mean
Yield Stress > 35 Pa	25% of mean	34% of mean

10.7.3 Pembersihan sel:

10.7.3.1 Singkirkan semua contoh minyak dari sel dengan menggunakan selang vakum.

10.7.3.2 Dengan menggunakan pelarut yang sesuai, bilas sel sekurangnya tiga kali dengan rata-rata 15mL dari pelarut yang sesuai. Lalu bilas sekali lagi dengan Aseton.

10.7.3.3 Singkirkan kotoran sisa pelarut dengan melakukan pengurasan sel dengan udara kering atau lebih disarankan untuk menggunakan selang vakum untuk menghindari kontaminasi dengan udara ruang. (**Peringatan** — Ketika menguras sel dengan udara, pastikan bahwa udara telah bersih dan bebas dari minyak, air dan kontaminan lain, karena ini bisa saja tertinggal di sel. Udara rumah seringkali terkontaminasi).

10.7.4 Bersihkan rotor menggunakan solvent yang sesuai, dan kering.

11 Penghitungan *yield stress* dan viskositas *apparent*

11.1 *Yield stress* didapat dari persamaan berikut:

$$Y_s = 3.5 M \quad (10)$$

10.7.3 Cleaning cells:

10.7.3.1 Remove oil samples from cells by using a vacuum hose.

10.7.3.2 Using an appropriate solvent, rinse, the cells at least three times with approximately 15 mL of an appropriate solvent for each rinse. Then rinse once with acetone.

10.7.3.3 Remove traces of residual solvent by flushing cell with dry air or preferably with a vacuum hose to prevent contamination with house air. (**Warning**— When flushing cells with air, be sure that the air is clean and free from oil, water and other contaminants as these could be left in the cell. House air is frequently contaminated).

10.7.4 Clean rotors with appropriate sample solvent, and dry.

11 Calculation of *yield stress* and *apparent viscosity*

11.1 *Yield stress* is given by the following equation:

$$Y_s = 3.5 M \quad (10)$$

**keterangan:**

Y_s = yield stress, Pa, dan

M = massa beban, g, yang dikenakan saat terjadi putaran.

11.2 Viskositas didapat dari persamaan berikut dengan menggunakan konstanta sel (C) yang didapat dari Persamaan 11:

$$\eta_a = C \cdot t \cdot 3/R \quad (11)$$

keterangan:

η_a = viskositas *apparent* dalam mPa·s, (cP),

C = konstanta sel,

t = waktu yang ditempuh untuk sejumlah (R) putaran penuh rotor, dan

r = jumlah kali putaran; baik satu atau tiga putaran.

where:

Y_s = yield stress, Pa, and

M = applied mass, g, at which rotation was observed.

11.2 The viscosity is given by the following equation when using the cell constant (C) obtained in Eq 11:

$$\eta_a = C \cdot t \cdot 3/R \quad (11)$$

where:

η_a = apparent viscosity in mPa·s, (cP),

C = cell constant,

t = time for number (R) of complete revolutions of the rotor, and

r = number of revolutions timed; either one or three revolutions.

12 Pelaporan

12.1 Viskositas *apparent* dan *yield stress* – Laporkan temperatur uji terakhir, viskositas *apparent*, dan tegangan luluh menggunakan Metode Uji D4648 prosedur A.

12.2 *Yield stress* – laporkan nilai terendah dimana putaran teramati; yaitu, jika putaran teramati pada massa 20 g, laporkan tegangan *stress* <70 Pa (20 g x 3,5). Jika rotor tidak bergerak pada pembebanan total massa 100 g, laporkan tegangan *stress* >350 Pa.

CATATAN 10 Jika putaran teramati pada pembebanan 10 g, beban minimum, laporkan tegangan *stress* adalah <35 Pa bukan 0 Pa.

12.3 Viskositas *apparent* – Laporkan sebagai berikut:

12.3.1 Jika viskositas *apparent* kurang dari 5 000 mPa·s (cP), laporkan viskositas *apparent* adalah kurang dari 5 000 mPa·s (cP).

12.3.2 Jika viskositas *apparent* adalah antara 5 000 dan 100 000 mPa·s (cP), laporkan viskositas *apparent* mendekati 100 mPa·s (cP).

12.3.3 Jika viskositas *apparent* adalah antara 100 000 dan 400 000 mPa·s (cP),

12 Report

12.1 Apparent viscosity and yield stress—Report the final test temperature, apparent viscosity, and yield stress by Test Method D4684, Procedure A.

12.2 Yield stress—Report as less than the value at which rotation was observed; that is, if rotation was observed with a mass of 20 g, report the yield stress as <70 Pa (20 g x 3.5). If the rotor did not move with the application of 100 g of total weight, report the yield stress as >350 Pa.

NOTE 10 If the rotation was observed with a mass of 10 g, the minimum weight, report the yield stress as <35 Pa rather than as 0 Pa.

12.3 Apparent viscosity—Report as follows:

12.3.1 If the apparent viscosity is less than 5 000 mPa·s (cP), then report the apparent viscosity as less than 5 000 mPa·s (cP).

12.3.2 If the apparent viscosity is between 5000 and 100 000 mPa·s (cP), then report the apparent viscosity to the nearest 100 mPa·s (cP).

12.3.3 If the apparent viscosity is between 100 000 and 400 000 mPa·s (cP), then

laporkan viskositas *apparent* mendekati 1 000 mPa.s (cP).

12.3.4 Jika viskositas *apparent* adalah lebih besar dari 400 000 mPa.s (cP), maka viskositas *apparent* harus dilaporkan sebagai lebih besar dari 400 000 mPa.s (cP).

12.3.5 Jika rotor tidak bergerak dengan pembebanan 150 g, laporkan bahwa sampel "Terlalu kental untuk diukur".

report the apparent viscosity to the nearest 1 000 mPa.s (cP).

12.3.4 If the apparent viscosity is greater than 400 000 mPa.s (cP), then the apparent viscosity should be reported as greater than 400 000 mPa.s (cP).

12.3.5 If the rotor did not move with the application of the 150 g weight, report that the sample was "Too viscous to measure" (or "TVTM").

13 Presisi and bias ⁶

13.1 Presisi – Presisi dari metode uji ini ditentukan dengan program uji statistik dari hasil-hasil antar laboratorium. Untuk MRV yang didinginkan secara termoelektrik, program melibatkan 10 hingga 11 contoh diuji di 7 hingga 9 laboratorium pada –25, –30, –35 dan –40 °C. Untuk MRV yang didinginkan dengan refrigerasi langsung, program melibatkan 20 sampel diuji di 6 laboratorium pada –25, –30, –35 dan –40 °C. Sampel-sampel ini terdiri dari minyak lumas mesin multigrade dan minyak dasar yang memiliki *yield stress* dalam kisaran antara 35 ke 210 Pa dan viskositas *apparent* dalam kisaran dari 4 300 ke 270 000 mPa.s.

Presisi dari metode uji ini digunakan untuk minyak lumas mesin bensin ditentukan dengan uji statistik antar laboratorium pada –25 °C and –30 °C.

13.1.1 *Repeatability* – Pada Tabel 1, perbedaan antara dua hasil uji berturutan, yang diperoleh dari operator yang sama, dengan peralatan yang sama, dalam kondisi operasi tetap, dengan material uji sama, dalam jumlah pengujian yang banyak, dalam operasi normal dan benar dari metode uji, yang melebihi nilai berikut hanya 1 dalam 20 kasus.

⁶ Data pendukung sudah tersimpan di kantor pusat ASTM international dan bisa diperoleh melalui dengan meminta Research Reports RR:D02–1404, D02–1612, D02–1613, and D02–1654.

13 Precision and bias ⁶

13.1 Precision—The precision of this test method for unused oils was determined by the statistical examination of results from an interlaboratory program. For the thermoelectrically cooled MRV's, the program included 10 to 11 samples tested in 7 to 9 laboratories at –25, –30, –35 and –40 °C. For direct refrigeration cooled MRV's, the program included 20 samples tested in 6 laboratories at –25, –30, –35 and –40° C. These samples consisted of multigrade engine oils and base stocks that had a yield stress range of less than 35 to 210 Pa and a apparent viscosity range from 4 300 to 270 000 mPa.s.

The precision of this test method for used gasoline engine oils was determined by the statistical examination of interlaboratory test results at –25 °C and –30 °C.

13.1.1 *Repeatability*—In Table 1, the difference between successive results obtained by the same operator with the same apparatus under constant operating conditions on identical test materials would, in the long run, in the normal and correct operation of the test method, exceed the following values only in 1 case in 20.

⁶ Supporting data have been filed at ASTM International Headquarters and maybe obtained by requesting Research Reports RR:D02–1404, D02–1612, D02–1613, and D02–1654.



13.1.2 *Reproducibility* – Pada Tabel 1, perbedaan antara dua hasil uji tunggal dan *independent*, yang diperoleh dari operator yang berbeda pada laboratorium yang berbeda, dengan material uji yang sama, dalam jumlah pengujian yang banyak, yang melebihi nilai berikut hanya 1 dalam 20 kasus.

13.2 Bias:

13.2.1 Bias (minyak lumpur mesin bensin yang belum digunakan) – Tidak ada pernyataan mengenai bias pada metode pengujian ini, karena tidak ada bahan acuan yang sesuai yang diterima untuk menentukan bias absolut.

13.2.2 Bias relatif:

13.2.2.1 *Yield stress* – Tidak ada bias relatif yang signifikan antara pengukuran tegangan *stress* dengan Prosedur A dan yang pengukuran dengan Prosedur B untuk minyak dengan *yield stress* kurang dari 105 Pa. Tidak ada pernyataan yang mengenai hal ini untuk minyak dengan *yield stress* lebih besar dari 105 Pa.

13.2.2.2 Viskositas – Tidak ada bias relatif yang signifikan secara statistik antara viskositas yang diukur dengan Prosedur A maupun Prosedur B.

13.2.3 Bias (Minyak lumpur mesin bensin yang sudah dipakai) - Karena tidak ada bahan acuan yang sesuai yang diterima untuk menentukan bias pada metode uji ini, tidak ada pernyataan mengenai bias pada metode uji ini.

Prosedur B

14 Kalibrasi dan standarisasi

14.1 Lakukan kalibrasi alat sensor temperatur yang terpasang pada pengatur temperatur. Temperatur yang terdeteksi harus dipastikan dengan menggunakan termometer acuan seperti dijelaskan pada subpasal 6.3 pada minimal tiga temperatur. Lakukan pengukuran temperatur ini dengan selisih paling sedikit 5 °C, agar diperoleh kurva kalibrasi dari kombinasi sensor dan pengontrol temperatur.

13.1.2 *Reproducibility*—In Table 1, the difference between two single and independent results obtained by different operators working in different laboratories on identical test materials would, in the long run, exceed the following values only in 1 case in 20.

13.2 Bias:

13.2.1 Bias (unused gasoline engine oils)—No statement on bias is being made for this test method, because there is no accepted reference material suitable for determining absolute bias.

13.2.2 Relative biases:

13.2.2.1 *Yield stress*—There was no significant relative bias between yield stresses measured by Procedure A and those measured by Procedure B for oils with a yield stresses less than 105 Pa. No statement can be made with those with yield stress greater than 105 Pa.

13.2.2.2 Viscosity—There is no statistically significant relative bias between the viscosities as measured by either Procedure A or Procedure B.

13.2.3 Bias (Used gasoline engine oils)—Since there is no accepted reference material suitable for determining the bias for this test method, no statement on bias is being made.

Procedure B

14 Calibration and Standardization

14.1 Calibrate the temperature sensor while attached to the temperature controller. The sensed temperature shall be verified using a reference thermometer noted in 6.3 at a minimum of three temperatures. Make these temperature measurements at least 5 °C apart to establish a calibration curve for this combination of temperature sensor and controller.

CATATAN 11 Semua temperatur pada metode uji ini mengacu pada temperatur sebenarnya dan tidak selalu temperatur yang tercantum pada alat.

NOTE 11 All temperatures in this test method refer to the actual temperature and *not* necessarily the indicated temperature.

14.2 Kalibrasi dari setiap viskometrik sel (konstanta viskometer) dapat ditentukan dengan standar viskositas dan prosedur berikut ini pada -20 °C:

14.2 The calibration of each viscometric cell (viscometer constants) can be determined with the viscosity standard and the following procedure at -20 °C:

14.2.1 Lakukan langkah-langkah pada sub pasal 15.2 – 15.2.5.

14.2.1 Use steps 15.2-15.2.5.

14.2.2 Siapkan program pengontrol temperatur untuk mendinginkan blok Viskometer *mini rotary* sampai -20 °C selama satu jam atau kurang, kemudian jalankan program tersebut.

14.2.2 Program the temperature controller to cool the mini rotary viscometer block to -20 °C within 1 h or less, then start the program.

14.2.3 Biarkan minyak terendam di dalam sel pada (-20 ± 0,2) °C sekurang-kurangnya 1 jam, lakukan sedikit pengaturan temperatur, jika perlu, untuk menjaga temperatur pengujian.

14.2.3 Allow the oil in the cells to soak at (-20 ± 0,2) °C for at least 1 h, making small temperature adjustments, if necessary, to maintain the test temperature.

14.2.4 Pada akhir periode perendaman, catat pembacaan temperatur (temperatur uji) dan buka penutup sel viskometer.

14.2.4 At the end of the soak period, record the temperature reading (test temperature) and remove the cover of the viscometer cell.

14.2.5 Lanjutkan ke 15.3.1 – 15.3.3.

14.2.5 Proceed to 15.3.1-15.3.3.

14.2.6 Lakukan langkah pada 15.4.1.

14.2.6 Perform step 15.4.1.

14.2.7 Ulangi 14.2.5 dan 14.2.6 untuk setiap sel lainnya, dari kiri ke kanan.

14.2.7 Repeat 14.2.5 and 14.2.6 for each of the remaining cells, taking the cells in order from left to right.

14.2.8 Hitung konstanta viskometer untuk setiap sel (kombinasi rotor-stator) dengan menggunakan persamaan berikut ini

14.2.8 Calculate the viscometer constant for each cell (rotor/ stator combination) with the following equation:

$$C = \eta_0 / T \quad (12)$$

$$C = \eta_0 / T \quad (12)$$

keterangan:

η_0 = viskositas minyak standar, cP (mPa.s) pada temperatur -20 °C,
C = konstanta sel dengan berat massa 150 gram, Pa, dan
T = waktu dalam detik untuk tiga putaran penuh

where:

η_0 = viscosity of the standard oil, cP (mPa.s) at -20 °C,
C = cell constant with 150 g mass, Pa, and
T = time in seconds for three complete revolutions.

14.2.9 Jika suatu sel memiliki konstanta kalibrasi 10%; lebih tinggi atau lebih rendah di atas dari 10% rata-rata sel lainnya, permasalahannya mungkin terletak pada

14.2.9 If any cell has a calibration constant more than 10 % higher or lower than the average for the other cells, the fault may be

operasi rotor. Periksa apakah rotor rusak, dan lakukan kalibrasi ulang peralatan tersebut.

14.3 Jika nilai yang diterkoreksi untuk pengendalian temperatur kendali dan termometer berbeda lebih dari toleransi, gunakan subpasal X2.2 untuk membantu dalam menentukan kesalahan.

15 Prosedur

15.1 Programkan pengatur temperatur untuk mengendalikan temperatur viscometer mini rotary sebagaimana dijelaskan pada Tabel X1.1 atau Tabel X1.2. Temperatur yang terprogram adalah temperatur pada Tabel X1.1 atau Tabel X1.2 ditambah faktor koreksi temperatur yang sesuai, ditentukan pada Subpasal 14.1. Tabel X1.13 mencantumkan waktu nominal untuk bisa mencapai temperatur pengujian tertentu.

15.2 Persiapan sampel uji dan sel viskometrik:

15.2.1 Keluarkan ke sembilan rotor dari sel viskometrik dan pastikan bahwa baik sel dan maupun rotor sudah bersih. Lihat Subpasal 15.6 untuk prosedur pembersihan.

15.2.2 Siapkan sampel minyak sebanyak $(10 \pm 1,0)$ ml pada setiap sel.

15.2.3 Pasang rotor pada stator yang sesuai dan pasang *sumbu pivot* bagian atas.

15.2.4 Pasang *loop* berupa tali string sepanjang 700 mm di atas lengan di bagian atas gagang poros rotor dan putar semuanya pada 200 mm dari panjang tali *string* di sekitar poros. Tali *string* Benang jangan sampai merangkap (saling menindih). Kisarkan sisa tali string di atas penutup *bearing* atas. Orientasikan rotor sedemikian rupa sehingga salah satu ujung *lengan* di atas poros rotor langsung menunjuk ke depan. Jika tersedia, amankan lengan dengan pin pengunci. Apabila putaran dicatat waktunya secara manual, akan berguna jika salah satu ujung

a problem with rotor operation. Examine rotor for damage, and recalibrate the instrument.

14.3 If corrected values for controller temperature and thermometer deviate by more than the tolerance, use X2.2 to assist in determining the fault.

15 Procedure

15.1 Program the temperature controller to control the mini rotary viscometer block temperature as outlined in Table X1.1 or Table X1.2. The programmed temperature is the temperature in Table X1.1 or Table X1.2 plus the appropriate temperature correction factor determined in 14.1. Table X1.3 lists the nominal times to reach a particular test temperature.

15.2 Test sample and viscometric cell preparation:

15.2.1 Remove the nine rotors from the viscometric cells and ensure that both the cells and rotors are clean. See 15.6 for the cleaning procedure.

15.2.2 Place a $(10 \pm 1,0)$ mL oil sample in each cell.

15.2.3 Install the rotors in the proper stators and install the upper pivots.

15.2.4 Place the loop of the 700-mm long string over the cross arm at the top of the rotor shaft and wind all but 200 mm of the length of the string around the shaft. Do not overlap strings. Loop the remaining end of the string over the top bearing cover. Orient the rotor such that an end of the crossarm at the top of the rotor shaft is pointing directly forward. If available, secure crossarm with locking pin. If the rotations are manually timed, it is helpful to color one end of the cross arm.

lengan diberi warna.

15.2.4.1 Tali *string* mungkin akan menggulung di sekitar poros sebelum pemasangan rotor pada 15.2.3.

15.2.4.1 The string may be prewound around the shaft before installation of the rotor in 15.2.3.

15.2.5 Letakkan penutup di atas sel viskometrik untuk menghindari pembentukan bunga es pada bagian logam yang dingin dan terpapar ke udara. Pada beberapa iklim tertentu, mungkin diperlukan menyemprot penutup dengan gas kering (misalnya, udara kering atau nitrogen) untuk menghindari pembentukan bunga es.

15.2.5 Place the housing cover over the viscometric cells to minimize the formation of frost on the cold metal parts exposed to air. In some climates, it may be necessary to flush the cover with a dry gas (for example, dry air or nitrogen) to minimize the frost formation.

15.2.6 Program profil temperatur dimulai. Program ini akan menghangatkan sampel minyak hingga $(80 \pm 1) ^\circ\text{C}$ dan dipertahankan pada $(80 \pm 1) ^\circ\text{C}$ selama 2 jam, agar larutan dari bahan lain tidak terlarut pada temperatur kamar.

15.2.6 Start the programmed temperature profile. The program will warm the oil samples to $(80 \pm 1) ^\circ\text{C}$ and maintain at $(80 \pm 1) ^\circ\text{C}$ for 2 h to allow solution of any material not in true solution at room temperature.

15.2.7 Setelah akhir perendaman selama 2 jam berlalu pada temperatur $80 ^\circ\text{C}$, lakukan siklus pendinginan untuk mulai mendinginkan percontoh sesuai dengan urutan pendinginan seperti diprogram pada Subpasal 15.1.

15.2.7 At the end of the 2-h soak at $80 ^\circ\text{C}$, the cooling cycle starts to cool the samples in accordance with the programmed cooling sequence as programmed in 15.1.

15.2.8 Setelah mendapatkan profil temperatur, temperatur block paling tinggi harus berada sekitar $0,2 ^\circ\text{C}$ dari temperatur pengujian yang diinginkan, ketika diukur dengan termometer selain pengatur temperatur pada termometer yang sama yang digunakan selama kalibrasi. Jika temperatur block berada di dalam kisaran kisaran ini, lanjutkan dengan pengukuran *yield stress* dan viskositas dalam waktu 30 menit setelah mendapatkan profil temperatur (lihat subpasal 15.3).

15.2.8 At the completion of the temperature profile, the temperature of the block should be within $0,2 ^\circ\text{C}$ of the desired test temperature when measured by a thermometer other than the temperature controller in the same thermometer well used during calibration. If the block temperature is within this range, proceed with the yield stress and viscosity measurements within 30 min of the completion of the temperature profile (see 15.3).

15.2.8.1 Jika temperatur akhir dari block lebih tinggi $0,2$ hingga $0,5 ^\circ\text{C}$ dibandingkan temperatur yang diinginkan, lakukan hal berikut: Siapkan pengatur temperatur untuk mengkondisikan temperatur block ke temperatur pengujian yang benar, dan dijaga agar tetap pada temperatur pengujian yang benar selama 30 menit sebelum dilanjutkan. Semua proses koreksi temperatur ini tidak boleh lebih lama dari 1 jam. Data yang diperoleh dengan cara ini dianggap hasil pengujian yang berlaku. Selain dengan cara tersebut, pengujian

15.2.8.1 If the final temperature of the block is 0.2 to $0,5 ^\circ\text{C}$ warmer than the desired temperature, proceed as follows. Set the temperature controller to bring the block temperature to the correct test temperature and then hold at the correct test temperature for 30 min before proceeding. This entire temperature correction should not take longer than 1 h. The data obtained in this way are considered valid test results, otherwise the test is invalid.

adalah tidak berlaku.

15.2.8.2 Jika temperatur pengujian akhir 0,2 °C lebih dingin atau 0,5 °C lebih panas dibandingkan temperatur pengujian yang dipilih sebelumnya, maka pengujian adalah TIDAK BERLAKU untuk temperatur yang telah dipilih sebelumnya. Hanya untuk informasi: *yield stress* dan viskositas dapat diukur tanpa pengaturan temperatur lebih lanjut. Hasil ini adalah karakteristik dari temperatur sebenarnya, bukan temperatur yang dipilih sebelumnya.

15.2.9 Jika temperatur akhir sebagaimana dijelaskan seperti pada 15.2.8 mengalami menyalahi semua ketentuan sebesar lebih dari 0,2 °C, lihat Subpasal X2.2 sebelum memulai pengujian berikutnya.

15.2.10 Untuk model CMRV-4 dan yang lebih tinggi, jika program menunjukkan profil pendinginan berada di luar toleransi, pengoperasian alat-alat harus dikaji secara keseluruhan agar operasi berjalan dengan benar. Untuk model yang lebih dahulu dari CMRV-4, periksa data hasil log, apakah terjadi penyimpangan temperatur yang berlebihan. Lihat Subpasal X2.2 –X2.4.

15.3 Pengukuran *yield stress*:

15.3.1 Dimulai mulai dengan cell paling kiri dari peralatan, ikuti prosedur berikut ini untuk setiap sel secara bergantian.

15.3.2 Sejajarkan roda penarik dengan poros rotor untuk sel yang akan diuji, sedemikian rupa sehingga tali *string* bergantung melewati bagian depan penutup (*housing*). Pastikan bahwa berat beban bertumpu pada ujung bangku selama pengujian.

15.3.3 Lepaskan tali *string* dari penyangga *bearing* paling atas dengan hati-hati letakkan di atas roda penarik tanpa mengganggu minyak uji. (Jangan sampai poros rotor berputar).

15.3.4 Ikuti petunjuk khusus sesuai model peralatan:.

CATATAN 12 Untuk pengguna CMRV-4 atau peralatan yang lebih baru, yang ingin mengukur

15.2.8.2 If the final test temperature is more than 0,2 °C cooler or more than 0,5 °C warmer than the preselected test temperature, then the test is *NOT VALID* for the preselected temperature. *For Information Only*, the yield stress and viscosity may be measured without further temperature adjustment. These results are characteristic of the actual temperature, not the preselected one.

15.2.9 If the final temperature as noted in 15.2.8 is in error in either direction by more than 0,2 °C, see X2.2 before starting another test.

15.2.10 With models CMRV-4 and higher, if the program reports cooling profile out of tolerance, the operation of the instrument shall be thoroughly reviewed for correct operation. With models earlier than CMRV-4, check the logged data for excessive temperature deviation. See X2.2-X2.4.

15.3 Measurement of the yield stress:

15.3.1 Beginning with the cell farthest to the left of the instrument, follow the procedure below for each cell in turn.

15.3.2 Align the pulley wheel with the rotor shaft for the cell to be tested, such that the string hangs past the front of the housing. Make sure that the weights clear the edge of the bench during testing.

15.3.3 Remove the string from the upper bearing support and carefully place it over the pulley wheel so as not to disturb the test oil. (Do not allow the rotor shaft to turn).

15.3.4 Follow the instrument model specific instructions:

NOTE 12 For users with CMRV-4 or newer instruments wishing to manually time yield

waktu *yield stress* dan viskositas secara manual, ikuti petunjuk masing-masing pada 15.3.4.1 dan 15.4.1.1.

stress and viscosity, follow the instructions in 15.3.4.1 and 15.4.1.1, respectively.

Model CMRV-3 atau yang lebih awal

15.3.4.1 Amati rotor penggerak secara visual untuk memastikan pergerakan lengan (Jangan mengukur *yield stress* menggunakan optik elektronik).

15.3.4.2 Untuk peralatan yang tidak dilengkapi dengan pin pengunci: dengan hati-hati agar tidak mengganggu struktur gel, tambahkan berat beban 10 g pada tali *string* dan dengan hati-hati gantungkan beban pada tali *string*. Lanjutkan ke 15.3.4.4.

15.3.4.3 Untuk peralatan yang dilengkapi dengan pin pengunci: gantungkan beban 10 g pada tali *string* kemudian angkat pin pengunci.

15.3.4.4 Jika ujung lengan silang bergerak sejauh minimal 3 mm dalam waktu 15 detik (kurang lebih sekitar dua kali diameter lengan atau berputar 13°), maka percontoh tersebut mempunyai *yield stress*. Lanjutkan ke 15.3.4.5. Jika gerakan terdeteksi, catatlah beratnya dan lanjutkan ke sub pasal 15.4.

15.3.4.5. Jika tidak ada gerakan yang terdeteksi, untuk peralatan tanpa pin pengunci, tahan rangkaian beban pemberat dan tambahkan 10 g, kemudian lanjutkan ke poin 15.3.4.4. Jika dilengkapi dengan pin pengunci, turunkan pin penguncinya untuk menahan kembali lengan. Tambahkan 10 g berat pada rangkaian beban, kemudian naikan pin pengunci dan dilanjutkan ke poin 15.3.4.4.

Model CMRV-4 atau Model MRV yang terbaru

15.3.4.6 Operator harus mengikuti petunjuk di layar untuk penambahan beban secara bertahap.

15.3.4.7 Untuk peralatan dengan pin pengunci: gantungkan pemegang 10 g pada tali *string*, tekan tombol start yang berkedip, kemudian segera naikan pin

Model CMRV-3 or Earlier

15.3.4.1 Visually observe the rotor for movement of the cross arm. (Do not measure yield stress by way of the electronic optics).

15.3.4.2 For instruments not equipped with locking pins: carefully, so as not to disturb the gel structure, attach a 10-g mass to the string and gently suspend the weight on the string. Proceed to 15.3.4.4.

15.3.4.3 For instruments equipped with locking pins: suspend the 10-g mass on the string, then raise the locking pin.

15.3.4.4 If the end of the cross arm does not move at least 3 mm in 15 s (approximately twice the diameter of the cross arm or 13° of rotation) then record that the sample has yield stress. Proceed to 15.3.4.5. If movement is detected, record weight and proceed to 15.4.

15.3.4.5 If no movement is detected, for instruments without locking pins, hold weight assembly and add 10 g, then proceed with 15.3.4.4. If equipped with locking pins, lower the locking pin to re-engage crossarm. Add 10 g to the weight assembly, raise the locking pin, and proceed with 15.3.4.4.

Model CMRV-4 or Later Model MRV

15.3.4.6 The operator shall follow the on-screen instructions for the addition of weight increments.

15.3.4.7 For instruments with locking pins: suspend 10 g weight cage on string, press the flashing start button, then immediately raise the locking pin and follow the on-

pengunci dengan segera dan ikuti petunjuk di layar.

15.3.4.8 Jika dibutuhkan tambahan beban, tahan lengan dengan pin pengunci, kemudian tambahkan beban 10 g dan ikuti petunjuk di layar. Tekan tombol start yang berkedip, kemudian segera naikan pin pengunci. Ulangi prosedur ini sampai tidak dibutuhkan penambahan beban lagi. Lanjutkan ke subpasal 15.4.

15.3.4.9 Untuk peralatan tanpa pin pengunci: dengan hati-hati gantungkan dan kaitkan pemegang beban 10 g pada tali string tanpa menghentak rotor dan ikuti petunjuk di layar. Tekan tombol start yang berkedip, dan segera lepaskan pemegang beban.

15.3.4.10 Jika tidak ada pergerakan yang terdeteksi, beri beban pada wadah (cage) dengan hati-hati. Tambahkan 10 g berikutnya seperti petunjuk di layar, tanpa menarik tali *string*, dan ikuti petunjuk selanjutnya. Tekan tombol start yang berkedip dan segera lepaskan wadah (cage) beban. Ulangi prosedur ini sampai tidak diperlukan penambahan beban lagi. Lanjutkan ke subpasal 15.4

CATATAN 13 Ketika beban 10-g yang pertama diberikan, pada beberapa minyak mungkin mengakibatkan pergerakan pada lengan. Jika tidak terjadi lagi pergerakan lengan selama 15 detik, abaikan pergerakan yang pertama.

15.4 Pengukuran viskositas *apparent*:

15.4.1 Ikuti petunjuk khusus sesuai model peralatan sebagai berikut:

Untuk CMRV-3 atau yang sebelumnya

15.4.1.1 Tambahkan massa beban 150-g pada tali *string* dan dengan perlahan gantungkan beban pada tali *string*. Hidupkan alat penghitung waktu ketika lengan poros rotor menunjuk langsung ke depan dan teruskan mencatat waktunya sesuai dengan batasan berikut.

15.4.1.2 Jika setengah putaran pertama membutuhkan waktu kurang dari 10 detik,

screen instructions.

15.3.4.8 If additional weight is requested, capture crossarm in locking pin, then add one additional 10 g weight, and follow the on-screen instructions. Press the flashing start button, then immediately raise the locking pin. Repeat procedure until no additional weight is requested. Proceed to 15.4.

15.3.4.9 For instruments without locking pins: carefully suspend and hold the 10 g weight cage on the string without jerking rotor, and follow the on-screen instructions. Press the flashing start button, and immediately release the weight cage.

15.3.4.10 If no movement is detected, then carefully weight the cage. Add next 10 g weight increment as indicated on the computer screen, without pulling on the string, and follow the on-screen instructions. Press the flashing start button, and immediately release weight cage. Repeat procedure until no additional weight is requested. Proceed with 15.4.

NOTE 13 When the 10-g load is first applied, some oils may show momentary movement of the crossarm. If there is no further movement of the crossarm for 15 s, disregard the initial movement.

15.4 Measurement of apparent viscosity:

15.4.1 Follow the instrument model specific instructions:

For CMRV-3 or Earlier

15.4.1.1 Attach a 150-g mass to the string and slowly suspend the weight on the string. Start the timer when the crossarm of the rotor shaft points directly forward and continue timing in accordance with the following constraints.

15.4.1.2 If the first half-revolution requires less than 10 s, measure and record the time

ukur dan catat waktu yang dibutuhkan untuk *tiga putaran pertama*.

for the *first three* revolutions.

15.4.1.3 Jika setengah putaran pertama membutuhkan waktu 10 detik atau lebih lama, ukur dan catat waktu yang dibutuhkan untuk satu kali putaran dan tetapkan sebagai waktu untuk satu putaran.

15.4.1.3 If the first half-revolution requires 10 s or greater, measure and record the time for the first revolution and identify it as the time for one revolution.

15.4.1.4 Jika putaran pertama tidak selesai dalam waktu 60 detik, hentikan pengukuran. Catat waktunya yaitu lebih lama dari 60 detik untuk satu putaran. Laporkan bahwa viskositasnya lebih besar dibanding daripada nilai yang didapat dihitung pada subpasal 16.2.

15.4.1.4 If the first revolution has not been completed in 60 s, end the measurement. Record the time as greater than 60 s for one revolution. Report that the viscosity is greater than the value calculated in 16.2.

15.4.1.5 Jika waktu untuk *tiga putaran pertama* kurang dari 4 detik, catat waktu kurang dari 4 detik. Laporkan bahwa viskositasnya kurang dari nilai yang dihitung pada subpasal 16.2.

15.4.1.5 If the time for the *first three* revolutions is less than 4 s, record the time as less than 4 s. Report that the viscosity is less than the value calculated in 16.2.

Untuk CMRV-4 dan yang lebih baru

For CMRV-4 and Later

15.4.1.6 Ikuti petunjuk di layar, tekan tombol start, dan secara perlahan gantungkan beban pada tali *string*. Penghitungan waktu dimulai secara otomatis bersamaan dengan pergerakan pertama. Jangan memindahkan beban ketika indikator viskositas berkedip. Waktu dan viskositas akan ditampilkan. Lanjutkan ke subpasal 15.5.

15.4.1.6 Follow the on-screen instructions, press the start button, and slowly suspend the weight on the string. Timing will automatically begin with the first movement. Do not remove weight while viscosity LED on instrument is flashing. The time and viscosity will be displayed. Proceed to 15.5.

15.5 Ulangi subpasal 15.3-15.4 untuk setiap sel berikutnya secara berurutan dari kiri ke kanan.

15.5 Repeat 15.3-15.4 for each of the remaining cells in order from left to right.

15.6 Pembersihan:

15.6 Cleaning:

15.6.1 Setelah semua sel selesai diproses, keluar dari program pendinginan dan hidupkan alat pemanas untuk memanaskan sel viskometrik hingga sampai bertemperatur kamar atau lebih tinggi sedikit. Temperatur tersebut harus tidak boleh melebihi 50 °C.

15.6.1 After all of the cells have been completed, exit the cooling program and turn on the heater to warm the viscometric cells to room temperature or somewhat higher. The temperature shall not exceed 50 °C.

15.6.2 Keluarkan penutup *pivot* rotor bagian atas dan rotornya.

15.6.2 Remove the upper rotor pivots and the rotors.

15.6.3 Dengan penyedot udara vakum keluarkan percontoh minyak dan cucilah sel menggunakan larutan pelarut minyak

15.6.3 With a vacuum, remove the oil samples and rinse the cells with an oil solvent several times, followed by two



beberapa kali, kemudian diikuti dengan dua kali dicuci menggunakan aseton. Gunakan penyedot vakum udara untuk mengeluarkan larutan dari cell sesudah pencucian dan biarkan aseton menguap sampai kering setelah pencucian akhir.

washings with acetone. Use a vacuum to remove the solvent from the cells after each rinse and allow the acetone to evaporate to dryness after the final rinse.

15.6.4 Bersihkan rotor dengan cara yang sama.

15.6.4 Clean the rotors in a similar manner.

16 Menghitung *yield stress* dan viskositas *apparent*

16 Calculation of *yield stress* and *apparent viscosity*

16.1 *Yield stress* dihitung menurut persamaan berikut:

16.1 Yield stress is given by the following equation:

$$Y_s = 3,5 M \quad (13)$$

$$Y_s = 3,5 M \quad (13)$$

keterangan:

Y_s = yield stress, Pa, dan
 M = beban massa yang diaplikasikan, dalam gram

where:

Y_s = yield stress, Pa, and
 M = applied mass, g.

16.2 Viskositas dihitung dengan rumus persamaan berikut jika menggunakan konstanta sel yang diperoleh dari seperti pada Persamaan 11 :

16.2 The viscosity is given by the following equation when using the cell constant obtained in Eq 11:

$$\eta_a = C t 3/r \quad (14)$$

$$\eta_a = C t 3/r \quad (14)$$

keterangan:

η_a = viskositas *apparent* dalam mPa.s (cP),
 C = konstanta *cell* dari Persamaan 11
 t = waktu untuk sekian kali (r) perputaran penuh rotor penuh, dan
 r = jumlah perputaran.

where:

η_a = apparent viscosity in mPa.s, (cP),
 C = cell constant obtained in Eq 11,
 t = time for number (r) of complete revolutions of the rotor, and
 r = number of revolutions timed.

17 Pelaporan

17 Report

17.1 Viskositas *apparent* dan *yield stress* – untuk minyak yang baru, laporkan temperatur pengujian terakhir dan viskositas *apparent* atau *yield stress*, tapi tidak kedua-duanya oleh metode uji D4648, Prosedur B. Untuk minyak bekas, laporkan viskositas *apparent* dan *yield stress*-nya dengan metode uji D4648, Prosedur B.

17.1 *Apparent viscosity and yield stress*—For unused oils, report the final test temperature and *either* the apparent viscosity *or* the existence of yield stress, but *not* both by test method D4648, Procedure B. For used oils, report both apparent viscosity and yield stress by test method D 4648, Procedure B.

17.2 *Yield stress* – laporkan sekurangnya nilai dimana perputaran masih teramati.

17.2 Yield stress—Report as less than the value at which rotation was observed.

17.3 Viskositas *apparent* – laporkan sebagai berikut:

17.3 Apparent viscosity—Report as follows:

17.3.1 Jika viskositas *apparent* kurang dari 5 000 mPa.s (cP), laporkan viskositas *apparent* sebagai kurang dari 5 000 mPa.s (cP)

17.3.2 Jika viskositas *apparent* antara 5 000 dan 100 000 mPa.s (cP), laporkan viskositas *apparent* teliti hingga mendekati 100 mPa.s (cP).

17.3.3 Jika viskositas *apparent* antara 100 000 dan 400 000 mPa.s(cP), laporkan viskositas *apparent* dengan ketelitian hingga mendekati 1 000 mPa.s (cP).

17.3.4 Jika viskositas *apparent* lebih besar dari 400 000 mPa.s (cP), maka viskositas *apparent* harus dilaporkan sebagai lebih besar dari 400 000 mPa.s (cP).

17.3.5 Jika menggunakan perangkat lunak yang memberikan tiga nilai viskositas, nilai pertama harus dilaporkan sebagai viskositas *apparent* menurut metode pengujian D4684. Jika dikehendaki melaporkan ketiga nilai, laporkan juga urutan dari nilai tersebut. Jangan melaporkan nilai yang merupakan rata-rata dari ketiga nilai tersebut.

17.3.1 If the apparent viscosity is less than 5 000 mPa.s (cP), then report the apparent viscosity as less than 5 000 mPa.s (cP).

17.3.2 If the apparent viscosity is between 5 000 and 100 000 mPa.s (cP), then report the apparent viscosity to the nearest 100 mPa.s (cP).

17.3.3 If the apparent viscosity is between 100 000 and 400 000 mPa.s (cP), then report the apparent viscosity to the nearest 1 000 mPa.s (cP).

17.3.4 If the apparent viscosity is greater than 400 000 mPa.s (cP), then the apparent viscosity should be reported as greater than 400 000 mPa.s (cP).

17.3.5 When employing software that provides three viscosity values, the first value shall be reported as the apparent viscosity by Test Method D4684. If desired, report all three values, taking care to also report the sequence of the values. *Never* report a value that is the average of the three measured values.

18 Presisi and bias⁷

18.1 Presisi (minyak baru) – Presisi dari metode uji ini ditentukan dari pengamatan statistik terhadap hasil pengujian antar laboratorium sebagai berikut:

18.1.1 *Yield stress* –dalam hal data lulus atau gagal, tidak tersedia metode yang diakui untuk menentukan presisi pada saat ini.

18.1.2 Viskositas *apparent*:

18.1.2.1 *Repeatability* – Perbedaan antara dua hasil uji berturutan, yang diperoleh dari operator yang sama, dengan peralatan yang sama, dalam kondisi operasi tetap, dengan material uji sama, dalam jumlah pengujian yang banyak, dalam operasi normal dan benar dari metode uji, yang melebihi nilai berikut hanya 1 dalam 20 kasus. Kemungkinan *repeatability* dalam persentase dari rata-rata viskositas

18 Precision and bias⁷

18.1 Precision (unused oils)—The precision of this test method as determined by the statistical examination of interlaboratory test results is as follows:

18.1.1 Yield stress—In the case of pass-fail data, no generally accepted method for determining precision is currently available.

18.1.2 Apparent viscosity:

18.1.2.1 *Repeatability*—The difference between successive results obtained by the same operator with the same apparatus under constant operating conditions on identical test material would, in the long run, in the normal and correct operation of the test method, exceed the following values only in 1 case in 20. The repeatability as a percent of the mean apparent viscosity is shown as follows:

apparent adalah sebagai berikut:

Test Temperature, °C	Repeatability, Percent of Mean
-15	4.2
-20	7.3
-25	11.7
-30	9.3
-35	13.2
-40	19.8

18.1.2.2 *Reproducibility* – Perbedaan antara dua hasil uji tunggal dan *independent*, yang diperoleh dari operator yang berbeda pada laboratorium yang berbeda, dengan material uji yang sama, dalam jumlah pengujian yang banyak, yang melebihi nilai berikut hanya 1 dalam 20 kasus. Kemungkinan *reproducibility* sebagai persentase dari rata-rata viskositas *apparent* adalah sebagai berikut:

18.1.2.2 *Reproducibility*—The difference between two single and independent results obtained by different operators working in different laboratories on identical test material would, in the long run, exceed the following values only in 1 case in 20. The reproducibility as a percent of the mean apparent viscosity is shown as follows:

Test Temperature, °C	Reproducibility, Percent of Mean
-15	8.4
-20	12.1
-25	17.5
-30	18.4
-35	35.8
-40	34.1

18.1.3 Program antar laboratorium mencakup sembilan minyak uji pada temperatur uji -15 °C dengan sebelas laboratorium peserta. Sembilan minyak uji dikelompokkan mencakup pada temperatur pengujian -20 °C dengan sebelas laboratorium peserta. Temperatur pengujian -25 °C mencakup 18 minyak uji dengan 14 laboratorium peserta. Sembilan minyak uji dievaluasi pada -30 °C di 13 laboratorium. Pada temperatur uji -35 dan -40 °C enam minyak uji dievaluasi pada dua belas laboratorium.

18.1.3 The interlaboratory program included nine test oils at the -15 °C test temperature with eleven laboratories participating. Nine test oils were included at the -20 °C test temperature with eleven laboratories participating. The -25 °C test temperature included 18 test oils with 14 laboratories participating. Nine test oils were evaluated at -30 °C in 13 laboratories. At the -35 and -40 °C test temperatures, six test oils were evaluated in twelve laboratories.

18.2 *Presisi (minyak lumas bekas mesin diesel)* – presisi dari metode pengujian ini sebagaimana ditentukan dengan uji statistik terhadap hasil pengujian antar laboratorium sebagai berikut:

18.2 *Precision (Used Diesel Engine Oils)*—The precision of this test method as determined by the statistical examination of interlaboratory test results is as follows:

⁷ Data pendukung sudah tersimpan di kantor pusat ASTM INTERNATIONAL dan bisa diperoleh melalui dengan meminta *Research Reports* RR: D02-1212, D02-1249, D02-1277, and D02-1517.

⁷ Supporting data have been filed at ASTM International Headquarters and may be obtained by requesting *Research Reports* RR: D02-1212, D02-1249, D02-1277, and D02-1517.

18.2.1 Yield stress:

18.2.1.1 *Repeatability* – Perbedaan antara dua hasil uji yang berturutan, yang diperoleh dari operator yang sama, dengan peralatan yang sama, dalam kondisi operasi tetap, dengan material uji sama, dalam jumlah pengujian yang banyak, dalam operasi normal dan benar dari metode uji, yang melebihi nilai berikut hanya 1 dalam 20 kasus:

Test Temperature, °C
-20
-25

Repeatability, Pa
$1.735 \cdot (X + 1)$
$1.014 \cdot (X + 1)$

keterangan:

X = nilai rata-rata dalam Pa.

CATATAN 14 Ketika *yield stress* terdeteksi (gerakan saat pembebanan 10 g), $X = 0$.

18.1.2.2 *Reproducibility* – Perbedaan antara dua hasil uji tunggal dan independen, yang diperoleh dari operator yang berbeda pada laboratorium yang berbeda, dengan material uji yang sama, dalam jumlah pengujian yang banyak, yang melebihi nilai berikut hanya 1 dalam 20 kasus.

Test Temperature, °C
-20
-25

Repeatability, Pa
$2.993 \cdot (X + 1)$
$2.976 \cdot (X + 1)$

keterangan:

X = nilai rata-rata dalam Pa.

18.2.2 Viscositas *apparent*:

18.2.2.1 *Repeatability* – Perbedaan antara dua hasil uji berturutan, yang diperoleh dari operator yang sama, dengan peralatan yang sama, dalam kondisi operasi tetap, dengan material uji sama, dalam jumlah pengujian yang banyak, dalam operasi normal dan benar dari metode uji, yang melebihi nilai berikut hanya 1 dalam 20 kasus. *Repeatability* sebagai persentase dari rata-rata viskositas *apparent* adalah sebagai berikut:

Test Temperature, °C
-20
-25

18.2.1 Yield stress:

18.2.1.1 *Repeatability*—The difference between successive results obtained by the same operator with the same apparatus under constant operating conditions on identical test material would, in the long run, in the normal and correct operation of the test method, exceed the following values only in 1 case in 20:

where:

X = mean value in Pa.

NOTE 14 When no yield stress is detected (movement with 10 g weight), $X = 0$.

18.2.1.2 *Reproducibility*—The difference between two single and independent results obtained by different operators working in different laboratories on identical test material would, in the long run, exceed the following values only in 1 case in 20.

where:

X = mean value in Pa.

18.2.2 Apparent viscosity:

18.2.2.1 *Repeatability*—The difference between successive results obtained by the same operator with the same apparatus under constant operating conditions on identical test material would, in the long run, in the normal and correct operation of the test method, exceed the following values only in 1 case in 20. The repeatability as a percent of the mean apparent viscosity is shown as follows:

Repeatability, Percent of Mean
14.3
10.3

18.2.2.2 *Reproducibility* — Perbedaan antara dua hasil uji tunggal dan independen, yang diperoleh dari operator

18.2.2.2 *Reproducibility*—The difference between two single and independent results obtained by different operators working in



yang berbeda pada laboratorium yang berbeda, dengan material uji yang sama, dalam jumlah pengujian yang banyak, yang melebihi nilai berikut hanya 1 dalam 20 kasus. *Reproducibility* sebagai persentase dari rata-rata viskositas apparent adalah sebagai berikut:

Test Temperature, °C	Reproducibility, Percent of Mean
-20	21.1
-25	20.8

different laboratories on identical test material would, in the long run, exceed the following values only in 1 case in 20. The reproducibility as a percent of the mean apparent viscosity is shown as follows:

18.2.2.3 Program antar laboratorium mencakup sembilan laboratorium dan sembilan minyak uji pada temperatur uji -20 dan -25°C. Minyak lumas bekas termasuk percontoh sisa pengujian uji mesin dari Mack T8, Mack T8E, Cummins M11-EGR dan Mack T10, dengan beban jelaga (seperti diukur menggunakan dengan analisis termografimetrik) berkisar antara 5 hingga sampai 9% (lihat RR: D02-1517) ⁷.

18.2.2.3 The interlaboratory program included nine laboratories and nine test oils at the -20 and -25°C test temperatures. The used oils included end-of-test drain samples from Mack T8, Mack T8E, Cummins M11-EGR and Mack T10 engine tests, with soot loadings (as measured by thermogravimetric analysis) ranging from approximately 5 to 9% (see RR: D02-1517) ⁷.

18.3 *Bias* – karena tidak terdapat bahan acuan yang sesuai untuk menentukan bias metode pengujian ini, tidak ada pernyataan dapat diberikan tentang bias.

18.3 *Bias*—Since there is no accepted reference material suitable for determining the bias for this test method, no statement on bias is being made.

19 Kata kunci

19 Keywords

19.1 sifat alir pada temperatur rendah; viskositas temperatur rendah; viskometer *mini-rotary*; *pumping viscosity*; minyak lumas bekas mesin diesel; viskositas; *yield stress*.

19.1 low temperature flow properties; low temperature viscosity; mini-rotary viscometer; pumping viscosity; used diesel engine oil; viscosity; yield stress

Lampiran
(informatif)
X1. Profil temperatur untuk
temperatur uji

Appendix
(Nonmandatory Information)
X1. Temperature profiles for test
temperature

X1.1 Lihat Tabel X1.1-X1.3

X1.1 See Tables X1.1-X1.3.

Tabel X1.1 - Profil temperatur untuk pengujian pada -20 sampai -40 °C
Table X1.1 - Temperature profile for test temperatures -20 to -40 °C

Segment Time h:min	Segment Temperature ^A			Allowable Temperature Change ^B °C
	Beginning °C	Final °C	Rate of Change °C/h	
nominally 0:20	Above 20	to 80		
2:00	80	to 80		±1,0
nominally 0:20	80	to 0		
nominally 0:03	0	to -3,0		
nominally 0:07	-3,0	to -4,0	8,5	±0,5
nominally 0:10	-4,0	to -5,0	6,0	±0,2
6:00	-5,0	to -8,0	0,5	±0,2
36:00	-8,0	to -20,0	0,33	±0,2
Hold at this point for -20°C test temperature. ^C				
2:00	-20,0	to -25,0	2,5	±0,2
Hold at this point for -25°C test temperature. ^C				
2:00	-25,0	to -30,0	2,5	±0,2
Hold at this point for -30°C test temperature. ^C				
2:00	-30,0	to -35,0	2,5	±0,2
Hold at this point for -35°C test temperature. ^C				
2:00	-35,0	to -40,0	2,5	±0,2
Hold at this point for -40°C test temperature. ^C				

^A Jika konsep *loop* kontrol ganda digunakan, temperatur penangas harus 5 °C di bawah temperatur blok terkait yang diinginkan. Maksimum temperatur penangas tidak boleh lebih dari -5 °C.

^B Dengan menahan variasi temperatur kurang dari ±0,1 °C akan meningkatkan presisi dan reproducibility pengukuran viskositas.

^C Pengukuran *yield stress* dan viskositas *apparent* dilakukan dalam waktu 30 menit sesudah temperatur uji dicapai.

^A If the dual control loop concept is used, the bath set point temperatures should be 5°C below the corresponding block temperature desired. The maximum bath temperature shall not exceed -5 °C.

^B Holding the temperature variation to less than ±0,1 °C improves the precision and reproducibility of your viscosity measurements.

^C The measurement of yield stress and apparent viscosity are to be made within 30 min of reaching the test temperature.



Tabel X1.2 - Profil temperatur untuk pengujian pada -10 hingga -15°C
Table X1.2 - Temperature profile for test temperatures -10 and -15°C

Segment Time h:min	Segment Temperature ^A			Allowable Temperature Change ^B °C
	Beginning °C	Final °C	Rate of Change °C/h	
nominally 0:20	Above 20	to 80		
2:00	80	to 80		±1,0
nominally 0:20	80	to 10		
nominally 0:03	10	to 7,0		
nominally 0:07	7,0	to 6,0	8,5	±0,5
nominally 0:10	6,0	to 5,0	6,0	±0,2
6:00	5,0	to 2,0	0,5	±0,2
36:00	2,0	to -10,0	0,33	±0,2
Hold at this point for -10°C test temperature. ^C				
2:00	-10,0	to -15,0	2,5	±0,2
Hold at this point for -15°C test temperature. ^C				

^A Jika konsep *loop* kontrol ganda digunakan, temperatur penangas harus 5 °C di bawah temperatur blok terkait yang diinginkan. Maksimum temperatur penangas tidak boleh lebih dari -5 °C.

^B Dengan menahan variasi temperatur kurang dari ±0,1 °C, akan meningkatkan presisi dan reproducibility pengukuran viskositas.

^C Pengukuran *yield stress* dan viskositas *apparent* dilakukan dalam waktu 30 menit sesudah temperatur uji dicapai.

^A If the dual control loop concept is used, the bath set point temperatures should be 5 °C below the corresponding block temperature desired. The maximum bath temperature shall not exceed -5 °C.

^B Holding the temperature variation to less than ±0,1 °C improves the precision and reproducibility of your viscosity measurements.

^C The measurement of yield stress and apparent viscosity are to be made within 30 min of reaching the test temperature.

Tabel X1.3 - Waktu yang hilang untuk mendapatkan temperatur uji
Table X1.3 - Nominal elapsed time to test temperature

Test Temperature, °C	Nominal Elapsed Time, h
-10	45
-15	47
-20	45
-25	47
-30	49
-35	51
-40	53

Lampiran (informatif)

X2. Informasi pendukung operasi

X2.1 Pengontrol temperatur adalah bagian terpenting dari prosedur ini. Untuk sistem yang menggunakan media cair untuk mengendalikan temperatur sel, sistem pengontrol temperatur dapat berupa pengontrol terprogram dengan *loop* tunggal untuk mengendalikan temperatur blok. Pengontrol proses yang mempunyai *proportional band* dengan integral reset dan derivative rate, kadang-kadang disebut pengendali PID, sesuai untuk mengendalikan temperatur. Pengontrol yang dapat diprogram ini mempunyai satu *loop* kendali dan satu sensor temperatur yang memberikan informasi yang sesuai kepada pengontrol untuk menahan temperatur sesuai program. Alat ini mempunyai pengatur waktu internal yang mengendalikan pelaksanaan program. Pengontrol harus dihubungkan sehingga hanya panas yang disuplai ke blok dalam waktu 2 jam dan 20 menit pada profil temperatur yang tercantum dalam Tabel X1.1 atau X1.2 atau panas harus disebarkan merata ke seluruh sel viskometer.

Untuk sistem yang menggunakan media cair untuk mengontrol temperatur sel, pengontrol temperatur selama sisa profil temperatur harus diperoleh dengan mengontrol aliran larutan pendingin. Sistem pengontrol ini harus mempunyai sensitifitas temperatur minimal 0,1 °C dan dapat mengubah temperatur sesuai dengan laju yang ditentukan. Apabila sistem kontrol menggunakan proporsional *band*, integral (*reset*), dan derivative (*rate*) dioptimalkan, penyimpangan temperatur di atas dan di bawah profil tidak boleh lebih besar dari 0,2 °C pada temperatur di bawah -5 °C. Alat sensor temperatur dapat berupa detektor panas dari platina, *thermistor* atau *thermocouple*. Detektor panas dari platina atau sensor *thermistor* lebih disukai. *Temperatur probe* dengan diameter 1/8 inci (3,2 mm) dapat dipasang langsung ke lubang berdiameter 1/8 inci yang berada di

Appendix (Nonmandatory Information)

X2. Supporting operational information

X2.1 *Temperature Controller* is the most critical part of this procedure. For systems using a liquid media to control cell temperature, the temperature control system can be a single loop programmable controller to control the block temperature. A process controller that has a proportional band with integral reset and derivative rate control, sometimes referred to as a PID controller, is suitable for controlling the temperature. This programmable controller has one control loop and one temperature sensor that provides the appropriate information to the controller to hold the temperature at the programmed set temperature. It has an internal clock that controls the execution of the program. The controller shall be connected so that only heat is supplied to the block during the first 2 h and 20 min of the temperature profile described in Table X1.1 or Table X1.2 or the heat shall be applied uniformly across all viscometer cells.

For systems using a liquid media to control cell temperature, the temperature control during the remaining portion of the temperature profile shall be obtained by controlling the coolant flow. This control system shall have a minimum temperature sensitivity of 0,1 °C and be able to change the temperature at a prescribed rate. When the control system's proportional band, integral (reset), and derivative (rate) parameters are optimized, the temperature excursions above and below the profile shall be no greater than 0,2 °C at a temperature below -5 °C. The temperature sensor can be a platinum resistance thermal detector, a thermistor, or a thermocouple. A platinum resistance thermal detector or thermistor sensor is preferred. A 1/8-in. (3,2-mm) diameter temperature probe can be installed directly into the 1/8-in. diameter well located



bagian belakang blok antara sel nomor 4 dan 6. Alternatif lainnya, sensor temperatur dapat dimasukkan ke dalam salah satu tempat termometer.

CATATAN X2.1 Sensor diletakkan pada unit yang sama dengan yang sedang dikontrol. Sensor harus diletakkan pada blok jika pasokan larutan pendingin dikontrol. Alternatif lainnya, sensor diletakkan pada penangas jika temperatur penangas yang dikontrol. Jangan mencoba mengontrol temperatur blok dengan cara menyensor temperatur blok dan mengendalikan sistem pendinginan. Untuk sistem yang menggunakan pendinginan langsung (tanpa sirkulasi cairan luar), kontrol temperatur harus diperolaj dari derajat pengontrolan pemanasan yang terdapat pada blok pendingin gas dingin. Kontrol sistem ini harus mempunyai ketelitian temperatur minimal 0.1°C dan dapat temperatur blok diganti dengan kecepatan presisi yang dibutuhkan pada uji ini. Gunakan *resistance temperatur detector* (RTD) adalah ketelitian dan kecepatan dalam merespon, dan untuk alasan tersebut, integrasi dibuat, bersama dengan *temperature controlling module*, untuk peralatan tersebut.

CATATAN X2.2 Keterlambatan internal pada start pengontrol merupakan fitur yang dianjurkan karena dapat memulai profil temperatur tanpa pengawasan.

X2.2 Jika temperatur akhir salah hingga lebih dari $0,2^{\circ}\text{C}$, lakukan langkah berikut ini sebelum memulai analisa yang lain.

X2.2.1 Periksa kalibrasi termometer. Untuk cairan pada termometer gelas, periksa titik bekunya. Kesalahan pada titik beku biasanya menunjukkan adanya udara di dalam termometer *bulb* atau dalam kolom cairan.

X2.2.2 Periksa alat sensor temperatur dari pengontrol temperatur untuk akurasi, sesuai dengan subpasal 9.1.

X2.2.3 Untuk instrumen yang membutuhkan sirkulasi cairan luar:

X2.2.3.1 Periksa apakah pendingin mengalir atau cukup dalam reservoir

X2.2.3.2 Untuk sumber dingin yang beroperasi di bawah -20°C , ganti metanol

at the back of the block between cells Nos. 4 and 6. Alternatively, the temperature sensor can be inserted into one of the thermometer wells.

NOTE X2.1 The sensor is placed in the same unit that is being controlled. The sensor should be placed in the block if the supply of coolant is being controlled. Alternatively, the sensor would be placed in the bath if the bath temperature was being controlled. Do not try to control the block temperature by sensing the block temperature and controlling the refrigeration system. For systems using direct refrigeration (no external liquid circulating systems), temperature control shall be obtained by controlling the degree of heating applied to the refrigerant gas cooled block. This control system shall have a minimum temperature sensitivity of 0.1°C and be able to change the temperature of the block at the prescribed rate required for this test. Use of a resistance temperature detector (RTD) is both sensitive and rapid in response and, for this reason, is made integral, together with the temperature controlling module, for these instruments.

NOTE X2.2 An internally delayed start for the controller is a desirable feature since this will allow starting the temperature profile unattended.

X2.2 If the final temperature is in error in either direction by more than $0,2^{\circ}\text{C}$, do the following before starting another analysis.

X2.2.1 Check the thermometer calibration. For liquid in glass thermometers, check the ice point. An error in the ice point usually indicates separation of the liquid at some point in the thermometer.

X2.2.2 Check temperature sensor of the temperature controller for accuracy, in accordance with 9.1.

X2.2.3 For those instrument that require external liquid circulation:

X2.2.3.1 Check whether the coolant is flowing or whether there is adequate coolant in the reservoir.

X2.2.3.2 For cold sources operating below -20°C , replace methanol if wet, as indicated

jika basah, seperti ditunjukkan oleh kristal es di bagian atas reservoir sumber dingin. Metanol dingin menyerap air, dan pada saat menyerap tersebut, kapasitas pendinginannya berkurang. Pada tempat berkelembaban tinggi, mungkin diperlukan untuk mengganti metanol sekali dalam sebulan. Media transfer panas lain dapat digunakan, tapi harus serupa dengan metanol, baik viskositas maupun kapasitas panas pada temperatur penangas.

by ice crystals in the top of the cold source reservoir. Cold methanol absorbs water, and as it absorbs water, its cooling capacity decreases. In high humidity areas, it may be necessary to change the methanol once a month. Other heat transfer can be used, but it should be similar to methanol in viscosity and heat capacity at the bath temperature.

X2.2.4 Pastikan sistem refrigeration bekerja dengan benar. Buku petunjuk peralatan dari pabrik yang berhubungan dengan penangas adalah sumber informasi yang tepat.

X2.2.4 Check to see that the refrigeration system is working properly. The instrument manual in conjunction with the bath manufacturer will be sources of appropriate information.

X2.2.5 Jika diprogram secara manual atau menggunakan profil biasa, uji program profil temperatur untuk mengetahui kesalahannya dan lakukan perbaikan.

X2.2.5 If manually programmed or using a custom profile, examine the temperature profile program for an error and make the appropriate corrections.

X2.3 Cara yang paling sederhana untuk memeriksa cairan pada kalibrasi termometer gelas adalah dengan memeriksa titik bekunya. Sumber kalibrasi lain tersedia untuk cairan di dalam gelas dan sensor temperatur elektronik dan cukup sesuai jika memang peralatan tersebut akurat.

X2.2.3 The simplest way to check a liquid in glass thermometer calibration is to check its ice point. Other calibration sources are available for both liquid in glass and electronic temperature sensor and are appropriate if they are sufficiently accurate.

X2.4 Perangkat lunak untuk mengontrol temperatur merekam log temperatur selama uji. Periksa catatan data profil temperatur pendinginan untuk deviasi temperatur yang lebih besar dari yang diijinkan dalam Tabel X1.1. atau X1.2.

X2.2.4 For some instruments, the software controlling temperature creates a temperature log during the test. For other instruments a sensor connected to a strip chart recorder will provide the information to determine if temperature deviations are greater than those permitted in Table X1.1 or Table X1.2 and correct accordingly.

X2.5 Pastikan bahwa pemanasan awal pada 80 °C bertahan selama minimum 2 jam. Jika tidak, koreksi sesuai dengan buku petunjuk atau dengan bantuan pabrikan.

X2.5 Verify that the preheat program for 80 °C lasts for a minimum of 2 h. If not, correct accordingly to the owner's manual or through the instrument manufacturer.



Bibliografi

- (1) Stambaugh, R. L., and O'Mara, J. H., "Low Temperature Flow Properties of Engine Oils," SAE Paper No. 821247 or 820509.
- (2) Shaub, H., Smith, M. F., Jr., and Murphy, C. K., "Predicting Low Temperature Engine Oil Pumpability with the Mini-Rotary Viscometer," SAE Paper No. 790732, published in SAE SP-460 and ASTM STP-621-S4.
- (3) Stewart, R. M., Shaub, H., Smith, M. F., Jr., and Selby, T. W., "Summary of ASTM Activities on Low Temperature Engine Oil Pumpability," SAE Paper No. 821206.
- (4) Smith, M. F., Jr., "Better Prediction of Engine Oil Pumpability Through a More Effective MRV Cominyak Cycle," SAE Paper No. 831714.
- (5) Henderson, K. O., Manning, R. E., May, C. J., and Rhodes, R. B., "New Mini-Rotary Viscometer Temperature Profiles That Predict Engine Oil Pumpability," SAE Paper No. 850443.
- (6) ASTM Research Report RR: D02-1442, "Cold Starting and Pumpability Studies in Modern Engines," ASTM International, W. Conshohocken, PA, 1999 (order #COLDSTART).
- (7) Shaub, Harold, Editor, "Oil Flow Studies at Low Temperature in Modern Engines," ASTM STP 1388, ASTM International, W. Conshohocken, PA, 2000.



Ringkasan perubahan

Summary of changes

Komisi D02.07 telah mengidentifikasi lokasi beberapa perubahan penting terhadap standard ini sejak penerbitan terakhir (D 4684-07^{e1}) yang dapat mempengaruhi penggunaannya. (Disetujui 1 Desember 2008).

Subcommittee D02.07 has identified the location of selected changes to this standard since the last issue (D 4684-07^{e1}) that may impact the use of this standard. (Approved Dec. 1, 2008).

(1) Penggunaan peralatan refrigerasi langsung.

(1) Incorporated direct refrigeration instruments.

Subkomite D02.07 telah mengidentifikasi lokasi beberapa perubahan penting terhadap standar ini sejak penerbitan terakhir (D 4684-02a) yang dapat mempengaruhi penggunaannya. (Disetujui 15 Januari 2007)

Subcommittee D02.07 has identified the location of selected changes to this standard since the last issue (D 4684-02a) that may impact the use of this standard. (Approved Jan. 15, 2007.)

- (1) Penambahan terminologi baru pada Pasal 3.
- (2) Revisi kalimat untuk komposisi block pada subpasal 6.1.
- (3) Revisi pelindung *cell* pada subpasal 6.1.2
- (4) Revisi subpasal 6.2 untuk menyatakan kembali toleransi beban.
- (5) Penulisan kembali subpasal 6.4.
- (6) Penambahan Prosedur baru A di Pasal 8-13.

- (1) Added new terms to Section 3.
- (2) Revised wording for block composition in 6.1.
- (3) Revised cell cap in 6.1.2.
- (4) Revised 6.2 to restate weight tolerance.
- (5) Reworded 6.4.
- (6) Added new Procedure A in Sections 8-13.

Prosedur ini dikembangkan untuk meningkatkan presisi metode uji, mencakup modifikasi yang signifikan pada peralatan dan prosedur dibandingkan Prosedur B:

This procedure, which was developed to improve the precision of the test method, includes these significant modifications to the equipment and procedure compared with Procedure B:

Kalibrasi pada -25 °C menggunakan minyak dengan kisaran viskositas 60 000 mPa.s (3.2.1, subpasal 7.1, subpasal 9.2)
Konstanta kalibrasi berdasarkan pada dua penentuan (subpasal 9.9 hingga Pasal 10)
Limit pada deviasi konstanta *cell* (subpasal 9.11).
Pengisian *cell* yang tidak digunakan (10.1.2)
Melakukan pengukuran pada *cell* dari kiri ke kanan selama kalibrasi dan saat pengukuran (subpasal 9.7 dan 10.6.2)
Standardisasi metode pemutar rotor setelah pengukuran *yield stress* (10.6.3.2)

Calibration at -25 °C using oil with approximate viscosity of 60 000 mPa.s (3.2.1, 7.1, 9.2)
Calibration constants based on two determinations (9.9 through Section 10)
Limits on deviation of cell constants (9.11)
Filling of unused cells (10.1.2)
Making measurements on cell from left to right during calibration and during measurements (9.7 and 10.6.2)
Standardization of method of turning rotor after measurement of yield stress (10.6.3.2)

(7) Penambahan prosedur B di Pasal 14-18 diambil dari D4648-02 seperti yang dipublikasikan dengan satu perubahan

(7) Added Procedure B in Sections 14-18, extracted from D 4684-02 as published with one minor editorial change.



editorial kecil.

(8) Penambahan subpasal 13.2, presisi dan bias untuk minyak lumas bekas mesin. (8) Added 13.2, precision and bias for used engine oils.

